



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

ULB

# Untersuchung der supraleitenden Eigenschaften von Niobnitrid anhand Messungen an einzelligen 3 GHz-Resonatoren

Grewe, Ruben Bernhard Frederic

(2020)

DOI (TUpriints): <https://doi.org/10.25534/tuprints-00012803>

Lizenz:



CC-BY-NC-ND 4.0 International - Creative Commons, Namensnennung, nicht kommerziell, keine Bearbeitung

Publikationstyp: Dissertation

Fachbereich: 05 Fachbereich Physik

Quelle des Originals: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/12803>

---

# Untersuchung der supraleitenden Eigenschaften von Niobnitrid anhand Messungen an einzelligen 3 GHz-Resonatoren

**Research on superconducting material properties of niobium nitride by means of measurements on 3 GHz single cell cavities**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)  
genehmigte Dissertation von Ruben Bernhard Frederic Grewe, M.Sc. aus Modautal

1. Gutachten: Prof. Dr. Dr. h.c. mult. Norbert Pietralla
2. Gutachten: Prof. Dr. Joachim Enders

Darmstadt 2020



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

Fachbereich Physik  
Institut für Kernphysik  
**S|DALINAC**

Dieses Dokument wird bereitgestellt von tuprints,  
E-Publishing-Service der TU Darmstadt.

<http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de>  
[tuprints@ulb.tu-darmstadt.de](mailto:tuprints@ulb.tu-darmstadt.de)



Diese Veröffentlichung steht unter der Creative-Commons-Lizenz:  
Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

# **Untersuchung der supraleitenden Eigenschaften von Niobnitrid anhand Messungen an einzelligen 3 GHz-Resonatoren**

Vom Fachbereich Physik  
der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des akademischen Grades  
eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

genehmigte

## **D i s s e r t a t i o n**

angefertigt von

M.Sc. Ruben Bernhard Frederic Grewe  
aus Modautal

Referent: Prof. Dr. Dr. h.c. mult. Norbert Pietralla

Korreferent: Prof. Dr. Joachim Enders

Tag der Einreichung: 09.04.2020

Tag der Prüfung: 24.06.2020

Darmstadt 2020





# Zusammenfassung

Diese Dissertation befasst sich mit der Erzeugung verschiedener Niobnitridphasen. Einige dieser Phasen sind aufgrund von höheren Sprungtemperaturen und kritischen Magnetfeldern als bei reinem Niob für die Anwendung für supraleitende Beschleunigungsstrukturen interessant. Die Erzeugung dieser Niobnitride erfordert hohe Temperaturen  $> 1300\text{ °C}$ , die vom Ultrahochvakuumofen (UHV Ofen) am S-DALINAC erreicht werden können. Um einen Prozess für die Nitrierung von Niob-Kavitäten zu optimieren, wurden zunächst Niobproben im UHV Ofen verschiedenen Prozessen mit unterschiedlichen Stickstoffdrücken, Temperaturen und Zeitspannen unterzogen. Für den so optimierten Prozess ergab sich eine Temperatur von ca.  $1550\text{ °C}$ , einem Stickstoffdruck von 100 mbar und einer Dauer von 60 min um die  $\gamma$ -Phase des Niobnitrides zu erzeugen. Diese Phase weist mit  $T_c = 12,2\text{ K}$  eine gegenüber  $T_c = 9,25\text{ K}$  von reinem Niob höhere Sprungtemperatur auf. Dieser optimierte Prozess wurde auf eine einzellige Kavität übertragen, die eine Resonanzfrequenz von ca. 3 GHz aufweist. Die Kavität weist nach der Behandlung keine Sprungtemperatur bis 8 K auf. Dies ist ein Hinweis auf die  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N-Phase, die mit einer Sprungtemperatur von 1,2 K für supraleitende Kavitäten uninteressant ist. Eine Übertragung des Prozesses von einfachen Proben auf die komplexere Geometrie von elliptischen einzelligen Kavitäten erfordert weitere Optimierungsschritte des Nitrierungsprozesses anhand von Kavitäten.

Wichtige Größen zur Charakterisierung der Performanz supraleitender Kavitäten sind die Güte  $Q_0$  und die maximal erreichbaren Feldstärken, z.B. die maximal in die Oberfläche eindringende magnetische Flussdichte  $B_{\text{peak}}$ . Um diese charakteristischen Größen zu bestimmen, war die Neuentwicklung eines Einsatzes für den vertikalen Badkryostaten am S-DALINAC erforderlich, der Messungen an Kavitäten bis unter 2 K ermöglicht. Die zentrale Neuentwicklung ist eine von außen bei kaltem Kryostaten einstellbare variable Einkopplung, die die Anpassung der externen Güte  $Q_{\text{ex}}$  der Einkoppelantenne an die Güte  $Q_0$  der Kavität ermöglicht, um die Güte  $Q_0$  und die elektromagnetischen Feldstärken mit niedrigen Unsicherheiten messen zu können. Die variable Einkopplung ermöglicht Messungen an den angeschafften einzelligen Kavitäten, den fünf- und 20-zelligen Kavitäten des S-DALINAC und an der neuen sechszelligen Einfangstruktur des S-DALINAC. Mit der variablen Einkopplung wurden erfolgreich die charakteristischen Größen Güte  $Q_0 = (3,58 \pm 0,42) \cdot 10^9$  und die maximale Oberflächenflussdichte  $B_{\text{peak}} = (10,2 \pm 0,5)\text{ mT}$  einer einzelligen Kavität bei einer Temperatur von  $T = (1,94 \pm 0,08)\text{ K}$  gemessen.



## Abstract

The dissertation at hand addresses the creation of various niobium nitride (Nb-N) phases. Some phases feature higher critical temperatures and higher critical magnetic fields compared to high-purity bulk niobium. These phases are interesting for the application on superconducting radio-frequency (SRF) cavities. The nucleation of these niobium nitrides takes place at high temperatures above 1300 °C. In contrast to the vacuum furnaces usually used for hydrogen bake-out of niobium cavities up to temperatures of 800 °C, the ultra high vacuum (UHV) furnace at the S-DALINAC is capable of temperatures of up to 1750 °C. The optimization for the nucleation process was performed using niobium samples of size  $10 \times 10$  mm which undergone processes with different nitrogen pressures, durations and temperatures. A process for the nucleation of the  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub> phase was found at a temperature of 1550 °C, a nitrogen pressure of 100 mbar and a duration of 60 min. The  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-phase features a critical temperature of 12,2 K, which is higher than the critical temperature of bulk niobium (9,25 K) promising a lower surface resistivity. The optimized process was transferred to a elliptical single cell cavity with a resonance frequency of 3 GHz. A critical temperature measurement of that cavity doesn't yield a result down to 8 K indicating a  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N-phase with a much lower critical temperature of 1,2 K on the surface of the cavity. Further optimization of the nitridation process for cavities is needed.

Important quantities to characterize the performance of SRF cavities are the unloaded quality factor  $Q_0$  and the achievable electromagnetic fields, e.g. the magnetic field penetrating the surface  $B_{\text{peak}}$ . The insert of the vertical bath cryostat of the S-DALINAC was redesigned to allow measurements of the characteristic quantities down to temperatures below 2 K. The most significant new development is a variable input coupler allowing adjustment of the coupling strength of the input rf antenna. This allows measurements with low uncertainties of  $Q_0$  and  $B_{\text{peak}}$ . The new insert is adaptable to the single-, five-, six- and 2-cell srf cavities of the S-DALINAC. The variable input coupling was successfully commissioned by measurement of  $Q_0 = (3,58 \pm 0,42) \cdot 10^9$  and  $B_{\text{peak}} = (10,2 \pm 0,5)$  mT of a single cell cavity at a temperature of  $T = (1,94 \pm 0,08)$  K.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Supraleitung</b>	<b>3</b>
2.1. Makroskopische Eigenschaften von Supraleitern . . . . .	4
2.2. Supraleiter 2. Art . . . . .	9
2.3. Mikroskopische Theorie der Supraleitung . . . . .	13
<b>3. Supraleitung in der Beschleunigerphysik</b>	<b>17</b>
3.1. Hochfrequenzsupraleitung . . . . .	17
3.2. Unbelastete Güte und Oberflächenwiderstand . . . . .	21
3.3. Elektromagnetische Feldstärken . . . . .	22
3.4. Grundlagen der Gütemessung . . . . .	24
3.5. Aktueller Stand der Technik . . . . .	31
<b>4. Struktur kristalliner Festkörper</b>	<b>33</b>
4.1. Kristallgitter, Ebenen und Richtungen . . . . .	33
4.2. Kristallstruktur des Niob-Stickstoff Binärsystems . . . . .	35
4.3. Methoden zur Beurteilung der Kristallstruktur . . . . .	38
<b>5. Umarbeitung und Ergänzung der technischen Ausstattung</b>	<b>45</b>
5.1. Einzellige 3 GHz Kavitäten . . . . .	45
5.2. Weiterentwicklung des vertikalen Badkryostaten . . . . .	54
5.3. Ultrahochvakuum Hochtemperaturofen . . . . .	66
<b>6. Erzeugung von Niobnitriden</b>	<b>71</b>
6.1. Nitrierungsprozess . . . . .	71
6.2. Analyse der unter Stickstoffatmosphäre ausgeheizten Proben . . . . .	75
6.3. Nitrierung einer einzelligen Kavität . . . . .	81
<b>7. Hochfrequenzmessungen an unbehandelten und behandelten einzelligen Kavitäten bei tiefkalten Temperaturen</b>	<b>87</b>
7.1. Temperaturmessung im vertikalen Badkryostaten . . . . .	88
7.2. Messung der Sprungtemperatur einer einzelligen Kavität . . . . .	89
7.3. Gütemessung an einer unbehandelten einzelligen Kavität . . . . .	91
7.4. Messungen an der behandelten Kavität . . . . .	93
<b>8. Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>95</b>
<b>9. Ausblick</b>	<b>97</b>

<b>A. Anhang</b>	<b>103</b>
<b>Literatur</b>	<b>113</b>

# 1. Einleitung

Seit den 1980-Jahren werden supraleitende Hochfrequenzkavitäten aus reinem Niob für die Teilchenbeschleunigung an Großforschungsanlagen verwendet. Supraleitende Strukturen können hier den Vorteil kleiner Verlustleistungen ausspielen, ein weiteres Argument für diese Kavitäten sind die hohen erreichbaren Feldstärken. Seit jeher wird versucht, die Verlustleistung  $P_0$  weiter zu reduzieren und gleichzeitig die erreichbaren elektromagnetischen Feldstärken zu maximieren. Als charakteristische Größe für die Verlustleistung dient die Güte  $Q_0$ , die umgekehrt proportional zur Verlustleistung ist. Als charakteristische Größe für die elektromagnetischen Felder in der Kavität werden unterschiedliche Größen herangezogen, z.B. die in die Oberfläche eindringende Magnetische Flussdichte  $B_{\text{peak}}$ , die effektive Beschleunigungsfeldstärke  $E_{\text{acc}}$  oder das maximale elektrische Feld auf der Beschleunigungsachse  $E_{\text{peak}}$ . Für die Güte  $Q_0$  und die maximalen Beschleunigungsfeldstärken  $E_{\text{acc}}$  werden mittlerweile in vertikalen Messungen, d.h. nicht im Beschleunigerbetrieb, regulär mit Kavitäten aus reinem Niob Werte von  $E_{\text{acc}} > 30 \text{ MV m}^{-1}$ ,  $B_{\text{peak}} > 100 \text{ mT}$  und  $Q_0 = 1 \cdot 10^{10}$  erreicht [1, 2]. Für den Betrieb in Beschleunigeranlagen werden üblicherweise niedrige Zielwerte als Sicherheitsabstand gewählt, da produktionsbedingt nicht alle Kavitäten solche hohen Werte erreichen können.

Diese Felder und Güten der supraleitenden Kavitäten stellen das Maximum dessen dar, was mit reinem Niob wirtschaftlich erreichbar ist. Um die Performanz weiter zu erhöhen, ist die Untersuchung alternativer Materialien notwendig. Einige Forschungsgruppen konzentrieren sich auf das vielversprechende sogenannte *Stickstoff-Doping*, bei der während einer Hochtemperaturbehandlung bei  $800^\circ\text{C} < T < 900^\circ\text{C}$  interstitieller Stickstoff in die Kristallstruktur des Niobs eingebracht wird. Diese Methode erlaubt eine bis zu viermal höhere Güte als vergleichbare Kavitäten aus reinem Niob und wird für die Produktion der Kavitäten des LCLS-II in Stanford, USA, eingesetzt [3]. Ein weiteres großes Forschungsfeld ist die Herstellung einer Niob-Zinn Legierung, an der auch erfolgversprechend an der TU Darmstadt geforscht wird [4]. Hier verspricht vor allem die hohe Sprungtemperatur von 18,5 K einen deutliches Einsparungspotenzial für den Betrieb von Beschleunigeranlagen. Vielversprechend sind auch verschiedene Niobnitride, die hohe Sprungtemperaturen und kritische Magnetfelder erreichen.

Diese Arbeit befasst sich mit der Herstellung der verschiedenen Niob-Stickstoff Kristallphasen. Die Kristallphasen dieses Binärsystems unterscheiden sich durch Gleichgewichtszustände mit unterschiedlichen Temperaturen und Mischungsverhältnissen. Beim angeprochenem *Stickstoff-Doping* tritt die  $\alpha\text{-Nb(N)}$ -Phase mit dem niedrigstem Stickstoffanteil auf. Die besonders interessanten Kristallphasen mit hohen Sprungtemperaturen  $T_c > T_c(\text{Nb})$  sind die  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ - und  $\delta\text{-NbN}$ -Phasen. Um diese Kristallstruk-

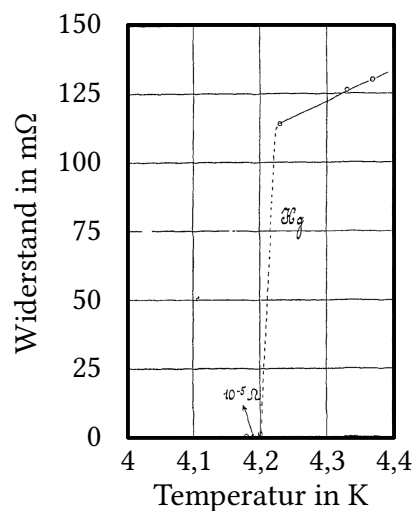


turen zu erzeugen, sind hohe Temperaturen von  $>1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  und hohe Stickstoffanteile von  $>40\%$  erforderlich. Der Ultrahochvakuum Ofen (UHV Ofen) am S-DALINAC erreicht diese Temperaturen und durch den Anschluss einer Vakuumschleuse lässt sich eine Stickstoffatmosphäre im Ofen herstellen.

Der Grundlagenteil dieser Arbeit befasst sich zunächst mit der Supraleitung, die das zentrale Thema dieser Arbeit darstellt. Es werden die Eigenschaften eines Supraleiters dargestellt und einige phänomänologische sowie die mikroskopische BCS-Theorie zusammengefasst. Aufgrund der Wichtigkeit der Anwendung der Supraleitung für Beschleunigeranlagen befindet sich dieser Teil in einem eigenen Kapitel, in dem auf die Besonderheiten sowie die theoretischen Limitierungen der Hochfrequenzsupraleitung eingegangen wird. Der Grundlagenteil schließt mit einer Zusammenfassung der wichtigsten Punkte der Festkörperphysik ab, in der auch die Kristallstrukturen des Niobnitrides eingeführt und Möglichkeiten zur experimentellen Bestimmung der Kristallstruktur von Proben vorgestellt werden. Das sich dem Grundlagenteil anschließende Kapitel befasst sich mit den für die Durchführung der Arbeit wichtigen technischen Erneuerungen des UHV Ofens und des vertikalen Badkryostaten sowie mit dem Design, der Simulation und der Anschaffung einzelliger 3 GHz Kavitäten aus hochreinem Niob. Das abschließende Kapitel befasst sich mit der Erzeugung von Niobnitriden zunächst anhand von Proben und der Übertragung des Prozesses auf die einzelligen Kavitäten mit Hilfe der vorgestellten technischen Ausstattung.

## 2. Supraleitung

Die Supraleitung wurde 1911 von ONNES entdeckt [5, 6], dem hochentwickelte Apparate zur Verflüssigung von Gasen zur Verfügung standen. Mit diesen gelang es ihm Helium zu verflüssigen, das er für Experimente bei Temperaturen bis zu 1 K einsetzte [7]. ONNES gelang ein Nachweis zum Verhalten des elektrischen Widerstandes bis zum Temperaturnullpunkt: der Widerstand von Quecksilber verschwindet bei unter 4,2 K. In Abb. 2.0.1 ist der von ONNES gemessene Widerstand von Quecksilber bei niedrigen Temperaturen aufgetragen; deutlich ist der Sprung zu verschwindenden Widerständen bei 4,2 K zu erkennen. Diese Entdeckung führte zur Entstehung des völlig neuen Forschungsfeldes der *Supraleitung*, in das sich auch diese Arbeit eingliedert.



**Abb. 2.0.1.:** Der von ONNES gemessene Widerstand von Quecksilber bei tiefen Temperaturen. Deutlich ist der Sprung bei 4,2 K zu sehen. Aus [8].

Allgemein wird ein Festkörper, für den der elektrische Widerstand verschwindet, als Supraleiter bezeichnet. Die Supraleitung ist nicht auf Temperaturen nahe des Temperaturnullpunktes beschränkt; keramische Supraleiter weisen Sprungtemperaturen von bis zu 133 K auf [9]. In den folgenden Abschnitten werden weitere Eigenschaften der Supraleitung, neben dem Verschwinden des elektrischen Widerstandes, behandelt. Anschließend wird die Unterscheidung der *Supraleiter 1. Art* und *Supraleiter 2. Art* eingeführt, die unter anderem das Erreichen hoher konstanter Magnetfelder erklärt. Bei Niob, das zur Zeit das wichtigste Element für supraleitende Beschleunigungskavitäten darstellt, handelt es sich um einen Supraleiter 2. Art. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der mikroskopischen BCS-Theorie zur Erklärung der Supraleitung anhand von COOPER-Paaren.

## 2.1. Makroskopische Eigenschaften von Supraleitern

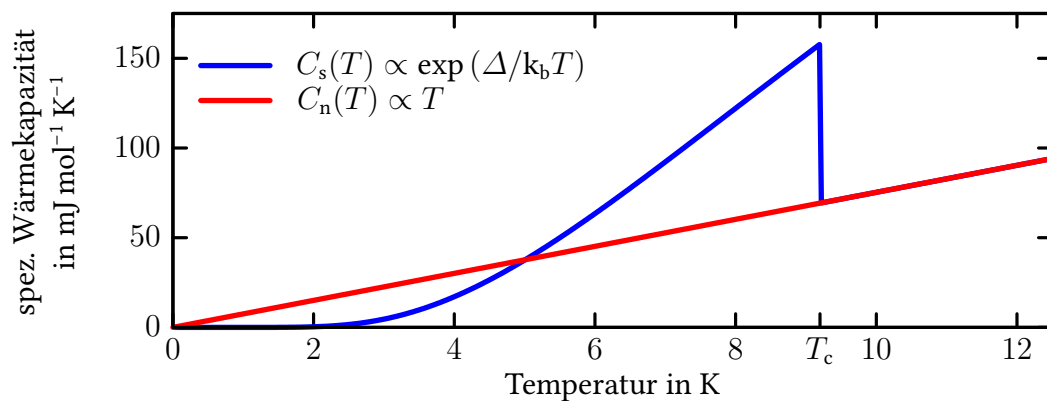
In diesem Abschnitt werden die makroskopischen Eigenschaften von Supraleitern zusammengefasst und einige phänomenologische Theorien vorgestellt. Wichtige physikalische Eigenschaften sind neben dem Verschwinden des elektrischen Widerstandes das Verhalten des Supraleiters in einem Magnetfeld, der Phasenübergang in die supraleitende Phase und die Beobachtung einer Energielücke anhand der spezifischen Wärmekapazität.

### 2.1.1. Wärmekapazität und Energielücke eines Supraleiters

Die Betrachtung des durch die Ladungsträger gebildeten Anteils zur Wärmekapazität eines Supraleiters  $C_s$ , ohne Berücksichtigung des Anteils durch Phononen, weist einen Sprung bei der Sprungtemperatur  $T_c$  auf. In Abb. 2.1.1 ist  $C_s$  eines Supraleiters im Vergleich zur elektronischen Wärmekapazität eines Normalleiters  $C_n$  dargestellt. Nach Ehrenfest ist der Übergang in die supraleitende Phase aufgrund des Sprunges bei  $T_c$  ein Phasenübergang 2. Ordnung, d.h. es tritt keine latente Wärme auf. Das exponentielle Verhalten der Wärmekapazität des Supraleiters lässt sich durch eine Energielücke  $\Delta$  erklären. Nur die normalleitenden Ladungsträger tragen zur Wärmekapazität bei, deren Anzahl durch die Boltzmann-Statistik gegeben ist. Die Wärmekapazität des Supraleiters wird daher beschrieben durch

$$C_s \propto \exp(\Delta/k_b T)$$

mit der Boltzmann-Konstante  $k_b$ .



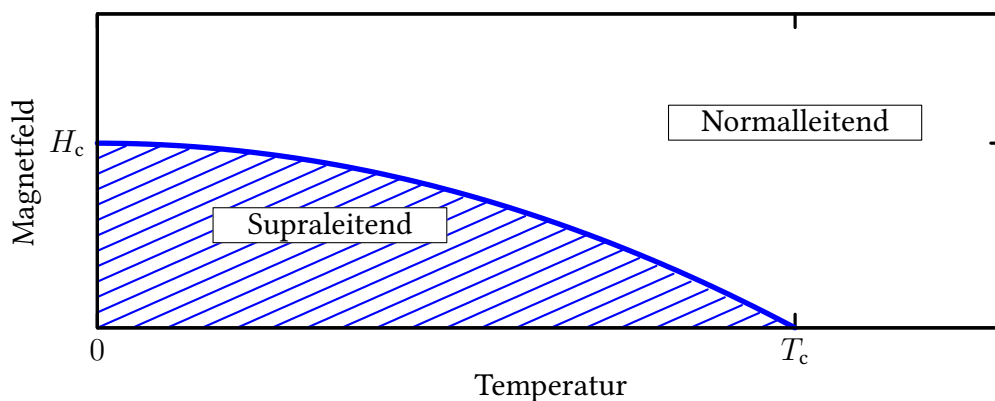
**Abb. 2.1.1.:** Anteil der Ladungsträger zur spezifischen Wärmekapazität von Niob um  $T_c$  für den supraleitenden (blau,  $C_s$ ) und den normalleitenden Zustand (rot,  $C_n$ ). Die Kurven sind Anpassungen an Messdaten aus [10].

### 2.1.2. Supraleiter im Magnetfeld

Nur bis zu einer temperaturabhängigen kritischen Magnetfeldstärke (nachfolgend Magnetfeld)  $H_c(T)$  ist die supraleitende Phase stabil, darüber geht ein Supraleiter in die normalleitende Phase über. Die Phasengrenze im  $H$ - $T$ -Zustandsdiagramm in Abb. 2.1.2 folgt in guter Näherung für verschiedene Supraleiter der Beziehung [11]

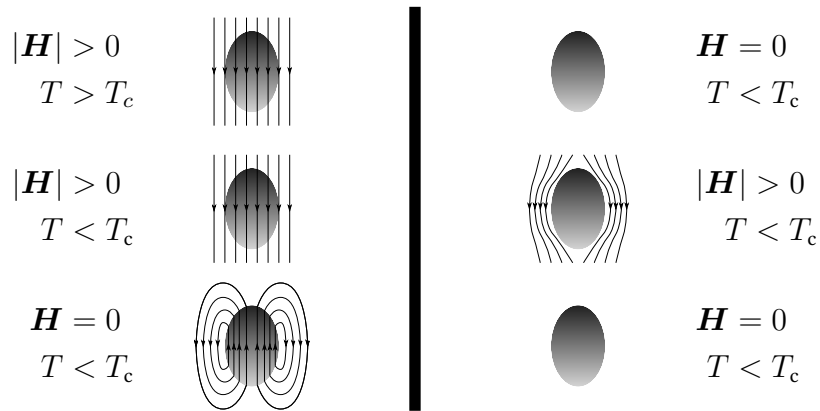
$$H_c(T) = H_c(0) \cdot \left(1 - (T/T_c)^2\right). \quad (2.1.1)$$

Das kritische Magnetfeld am Temperaturnullpunkt  $H_c(0)$  wird fortan Literaturüblich mit  $H_c$  abgekürzt.

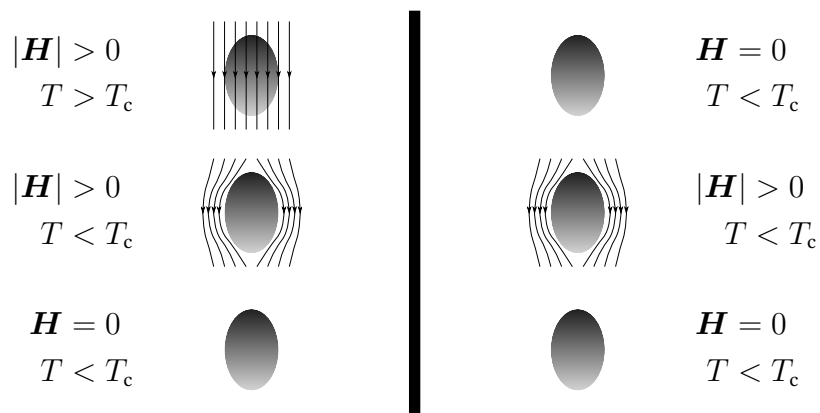


**Abb. 2.1.2.:**  $H$ - $T$  Phasendiagramm eines Supraleiters 1. Art. Oberhalb des kritischen Magnetfeldes  $H_c$  wird der Körper normalleitend.

Das Verhalten eines Supraleiters bei Herabkühlen mit und ohne ein äußeres Magnetfeld  $H$  unter die kritische Temperatur  $T_c$  wurde von MEIßNER und OCHSENFELD untersucht [12]. Bei einem idealen Leiter, der keinen elektrischen Widerstand aufweist, würde sich die Feldlinienverteilung ohne Änderung des äußeren Magnetfeldes bei Unterschreiten der Sprungtemperatur nicht ändern. In Abb. 2.1.3 ist das Verhalten eines idealen Leiters skizziert. Tatsächlich verhält sich ein Supraleiter anders: Ein äußeres Magnetfeld wird, unabhängig von der Historie des Supraleiters, bei Temperaturen unterhalb der Sprungtemperatur wie bei einem Diamagneten vollständig aus dem Inneren verdrängt, wie in Abb. 2.1.4 dargestellt. Dieser Effekt ist als MEIßNER-OCHSENFELD-Effekt bekannt.



**Abb. 2.1.3.:** Verhalten eines idealen Leiters bei Abkühlung im externen Magnetfeld (links) und Abkühlung ohne externes Magnetfeld (rechts). Wird der Leiter in  $|\mathbf{H}| > 0$  abgekühlt, so wird beim Abstellen von  $\mathbf{H}$  ein Strom induziert, der den Leiter magnetisiert. Bei Abkühlung mit  $\mathbf{H} = 0$  bleibt der Leiter auch beim Zuschalten von  $\mathbf{H}$  feldfrei.



**Abb. 2.1.4.:** Verhalten eines Supraleiters bei Abkühlung im externen Magnetfeld (links) und Abkühlung ohne externes Magnetfeld (rechts). Der Supraleiter verdrängt das äußere Magnetfeld bei Temperaturen unterhalb der Sprungtemperatur immer aus seinem Inneren, unabhängig vom Zustand des äußeren Feldes bei  $T > T_c$ . Im Unterschied zu dem Verhalten des idealen Leiters aus Abb. 2.1.3, spielt es beim Supraleiter keine Rolle, ob dieser ohne oder mit externem Feld die kritische Temperatur  $T_c$  unterschreitet.

### 2.1.3. Phänomenologische London-Theorie und GINSBURG-LANDAU-Theorie

Erste Theorien zur Erklärung der Supraleitung waren phänomenologischer Natur und erklärten die makroskopischen Eigenschaften eines Supraleiters [13, 14]. Die LONDON-Brüder ersetzten das OHM'sche Gesetz eines Normalleiters  $\mathbf{j} = \sigma \mathbf{E}$  durch die beiden LONDON-Gleichungen [15]

$$\mathbf{E} = \frac{m_e}{n_s e^2} \cdot \frac{\partial \mathbf{j}}{\partial t} \quad \text{und} \quad \mathbf{B} = -\frac{m_e}{n_s e^2} \cdot \nabla \times \mathbf{j} \quad (2.1.2)$$

mit der Anzahl bzw. Masse der supraleitenden Ladungsträger  $n_s$  bzw.  $m_e$ , dem elektrischen Feld  $\mathbf{E}$ , der magnetischen Flussdichte  $\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H}$ , der Elementarladung  $e$  und der Stromdichte  $\mathbf{j}$ . Ein realer Supraleiter lässt sich in guter Näherung als ein in den positiven Halbraum in x-Richtung ausfüllender Körper beschreiben. Wird eine zur Oberfläche parallele magnetische Flussdichte  $\mathbf{B} = B_0 \cdot \mathbf{e}_z$  eingeführt, lässt sich mit Hilfe der MAXWELL-Gleichungen der Lösungsansatz

$$\frac{\partial^2 B_z}{\partial x^2} - \frac{1}{\lambda_L^2} B_z = 0 \quad \frac{\partial^2 j_y}{\partial x^2} - \frac{1}{\lambda_L^2} j_y = 0$$

für die LONDON-Gleichungen mit der LONDON'schen Eindringtiefe

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{m_e}{\mu_0 n_s e^2}}. \quad (2.1.3)$$

aufstellen. An der Lösung des Ansatzes

$$B_z = B_0 \exp(-x/\lambda_L) \quad j_y = j_0 \exp(-x/\lambda_L)$$

ist graphisch (s. Abb. 2.1.5) die Bedeutung der LONDON'schen Eindringtiefe zu erkennen: Sie beschreibt die Länge, auf der die magnetischen Flussdichte  $\mathbf{B}$  auf einen Wert von  $1/e$  des Wertes an der Oberfläche abgefallen ist.

Eine genauere phänomenologische Beschreibung der supraleitenden Phase nahe der Sprungtemperatur erlaubt die GINSBURG-LANDAU-Theorie [16–18]: Die Supraleitung wird im thermodynamischen Formalismus betrachtet und die freie Energie bezüglich eines nicht näher spezifizierten Ordnungsparameters entwickelt [19]. Aus dieser Theorie können einige Eigenschaften der supraleitenden Phase abgeleitet werden, beispielsweise die temperaturabhängige *Kohärenzlänge*

$$\xi_{GL} = \sqrt{\frac{\hbar}{2m_e \alpha}} \quad (2.1.4)$$

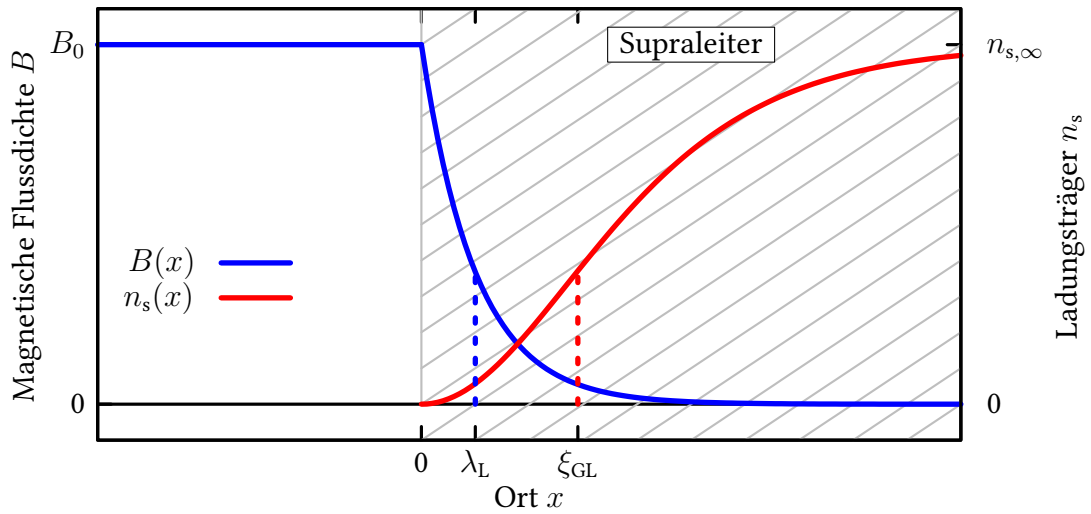
mit einem temperaturabhängigen Parameter  $\alpha \propto (T - T_c)$ . Die Kohärenzlänge  $\xi_{GL}$  beschreibt die Zunahme an Ladungsträgern, die zur Supraleitung beitragen [11]:

$$n_s(x) = \tanh\left(\frac{x}{\sqrt{2}\xi_{GL}}\right)^2.$$

Auch für die Eindringtiefe lässt sich ein Ausdruck im Rahmen der GINSBURG-LANDAU-Theorie herleiten; dieser entspricht der LONDON'schen Eindringtiefe  $\lambda_L$ . In Abb. 2.1.5 ist die durch die Eindringtiefe  $\lambda_L$  beschriebene Eigenschaft des Magnetfeldes in die Oberfläche des Supraleiters einzudringen und die gleichzeitige Zunahme der Ladungsträgerdichte durch  $\xi_{GL}$  dargestellt. Die charakteristischen Längen  $\xi_{GL}$  und  $\lambda_L$  nehmen Größen zwischen einigen nm bis hin zu über 100 nm an. Das Verhältnis der temperaturabhängigen Größen  $\xi_{GL}$  und  $\lambda_L$  ist der GINSBURG-LANDAU-Parameter:

$$\kappa = \frac{\lambda_L}{\xi_{GL}}, \quad (2.1.5)$$

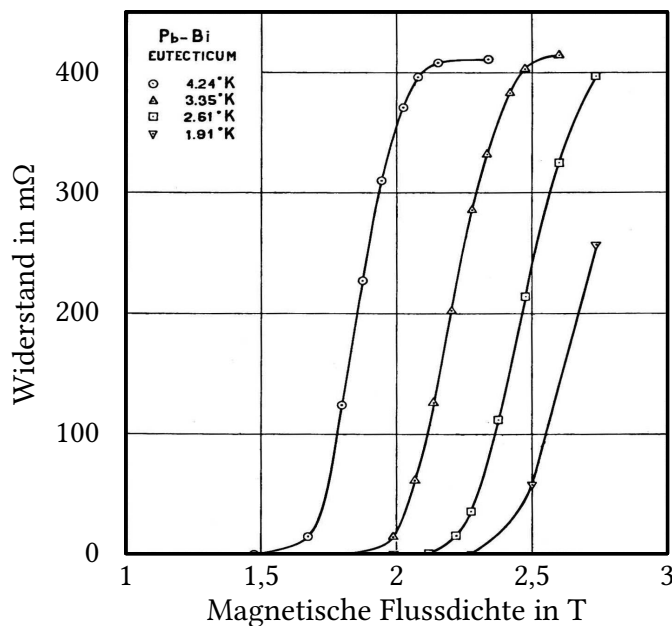
dieser ist nicht mehr temperaturabhängig. Der GINSBURG-LANDAU-Parameter  $\kappa$  ist eine wichtige Größe zur Charakterisierung eines Supraleiters und von zentraler Bedeutung für die Unterscheidung der Supraleiter 1. Art und 2. Art, die im nächsten Abschnitt behandelt wird.



**Abb. 2.1.5.:** Veranschaulichung eines den positiven Halbraum ausfüllenden Supraleiters in einem äußeren Magnetfeld mit Flussdichte  $B$ . Bei der *LONDON'schen Eindringtiefe*  $\lambda_L$  ist das Magnetfeld in der Oberfläche auf  $\exp(-1)$  abgefallen. Die Anzahl Supraleitender Ladungsträger  $n_s$  nimmt mit der charakteristischen Länge  $\xi_{GL}$  zu.

## 2.2. Supraleiter 2. Art

Bereits in den 1930er Jahren wurden von HAAS und VOOGD kritische Felder mit Flussdichten von über 2 T von verschiedenen Legierungen gemessen [20]. Einige der von HAAS und VOOGD durchgeführten Messungen des Widerstandes über dem äußeren Magnetfeld einer Blei-Bismuth (Pb-Bi) Legierung ist in Abb. 2.2.1 abgebildet. Das kritische Feld dieser Legierung ist deutlich höher als bei reinen Metallen. Erst die Supraleitung 2. Art kann die hohen kritischen Magnetfelder erklären.



**Abb. 2.2.1.:** Die von HAAS und VOOGD durchgeführte Messung des Widerstandes bei hohen magnetischen FLussdichten an einer Pb-Bi-Legierung bei verschiedenen Temperaturen. Je nach Temperatur steigt der Widerstand erst bei Flussdichten von über 2 T. Aus [20].

ABRIKOSOV erklärte die Supraleitung 2. Art durch Flussschläuche [21], die ein Eindringen des äußeren Magnetfeldes in den Körper erlauben. Jeder Flussschlauch trägt ein Feld der Größe der Feldquantisierung, auch Fluxon [22],

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb.} \quad (2.2.1)$$

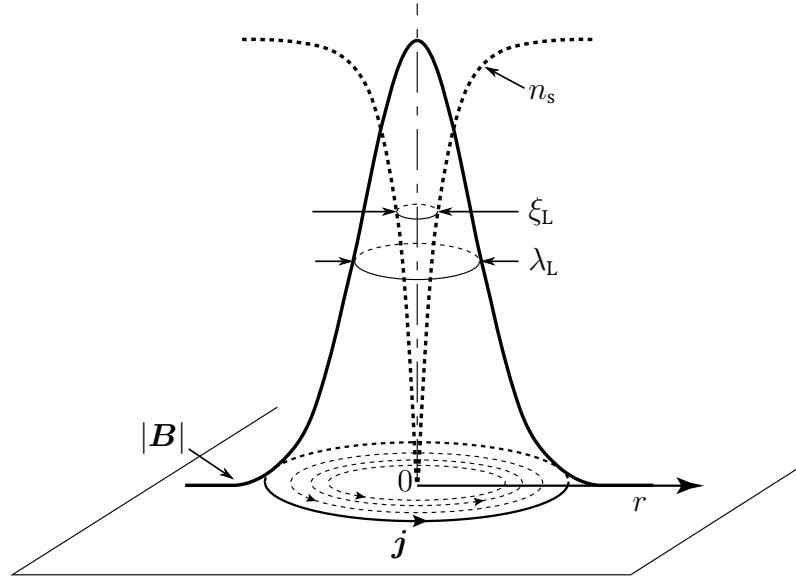
Das im Nenner anstelle der Ladung von  $1e$  die Ladung zweier Elektronen  $2e$  enthalten ist, stellt bereits einen Hinweis auf die Existenz von COOPER-Paaren für die theoretische Erklärung durch die BCS-Theorie (s. Abs. 2.3) der Supraleitung dar.



Die Flussschläuche verteilen sich in einer periodischen Struktur gleichmäßig über die Oberfläche. Bei Erhöhung des äußeren Feldes werden weitere Flussschläuche am Rand des Supraleiters erzeugt und die Dichte der Flussschläuche wächst an. In Abb. 2.2.2 ist ein Flussschlauch zusammen mit seinen charakteristischen Größen dargestellt. Das äußere Feld durchdringt den Festkörper im Zentrum des Flussschlauches und der Festkörper hat eine normalleitende Zone am Ort des Flussschlauches. Im Rahmen der thermodynamischen Beschreibung der GINSBURG-LANDAU'schen-Theorie lässt sich die freie Enthalpie  $G_{\text{Vortex}}$  zur Erzeugung eines solchen Flussschlauches durch [14]

$$G_{\text{Vortex}}(H) = 2\pi\mu_0 (\xi_{\text{GL}}^2 H_c^2 - \lambda_{\text{GL}}^2 H^2) \quad (2.2.2)$$

ausdrücken, mit den charakteristischen Größen  $\xi_{\text{GL}}$  und  $\lambda_{\text{GL}}$ , die im vorherigen Abs. 2.1.3 eingeführt wurden und der magnetischen Feldkonstanten  $\mu_0$ .



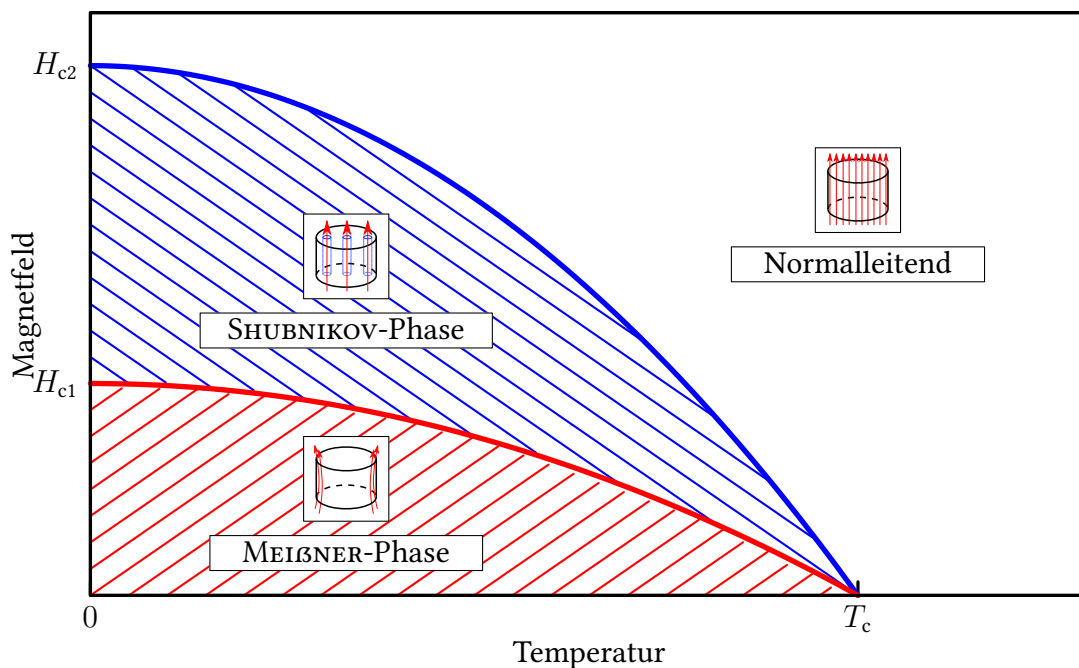
**Abb. 2.2.2.:** Darstellung eines Flussschlauches. Flussschläuche bilden sich im Supraleiter 2. Art aus, sobald das äußere Magnetfeld größer als das kritische Feld  $H_{c1}$  wird. Es bilden sich zylindrische, normalleitende Zonen, die von einer magnetischen Flussdichte  $B$  durchdrungen werden. Die Flussdichte wird durch einen LONDON-Strom  $j$  erzeugt. Aus [14].

Anhand von Gl. (2.2.2) lassen sich zwei Fälle unterscheiden:

$\xi_{GL} > \lambda_L$ : Die freie Enthalpie  $G_{\text{Vortex}}$  wird für kein externes Feld  $H < H_c$  negativ. Sobald das externe Feld größer als  $H_c$  wird, bricht die Supraleitung zusammen. In diesem Fall handelt es sich um einen **Supraleiter 1. Art**.

$\xi_{GL} < \lambda_L$ : Die freie Enthalpie  $G_{\text{Vortex}}$  wird für  $H = \xi_{GL}/\lambda_{GL} \cdot H_c$  negativ, es bilden sich Flussschläuche. In diesem Fall handelt es sich um einen **Supraleiter 2. Art**.

Für die Klassifizierung der Supraleiter in 1. Art und 2. Art bietet sich wegen der Abhängigkeit von  $\xi_{GL}$  und  $\lambda_L$  der im vorherigen Abschnitt in Gl. (2.1.5) eingeführte GINSBURG-LANDAU-Parameter an [23, 24]. Nach ABRIKOSOV [21] gilt  $\kappa < 1/\sqrt{2}$  für Supraleiter 1. Art und  $\kappa > 1/\sqrt{2}$  für Supraleiter 2. Art. Die supraleitende Phase eines Supraleiters 2. Art lässt sich über Gl. (2.2.2) in die MEIßNER-Phase mit  $H < H_{c1}$  und die SHUBNIKOV-Phase mit  $H_{c1} < H < H_{c2}$  einteilen. Das  $H$ - $T$ -Diagramm in Abb. 2.2.3 weist eine zusätzliche Phase gegenüber dem Phasendiagramm für Supraleiter 1. Art auf (vgl. Abb. 2.1.2).



**Abb. 2.2.3.:** Die supraleitende Phase eines Supraleiters 2. Art teilt sich auf in die SHUBNIKOV- und in die MEIßNER-Phase. Bei Überschreiten des kritischen Feldes  $H_{c1}$  entstehen Flussschläuche im Supraleiter, bis die kritische Anzahl an Flussschläuchen bei  $H_{c2}$  erreicht ist. Ein weiteres Erhöhen des Magnetfeldes lässt die Supraleitung zusammenbrechen.

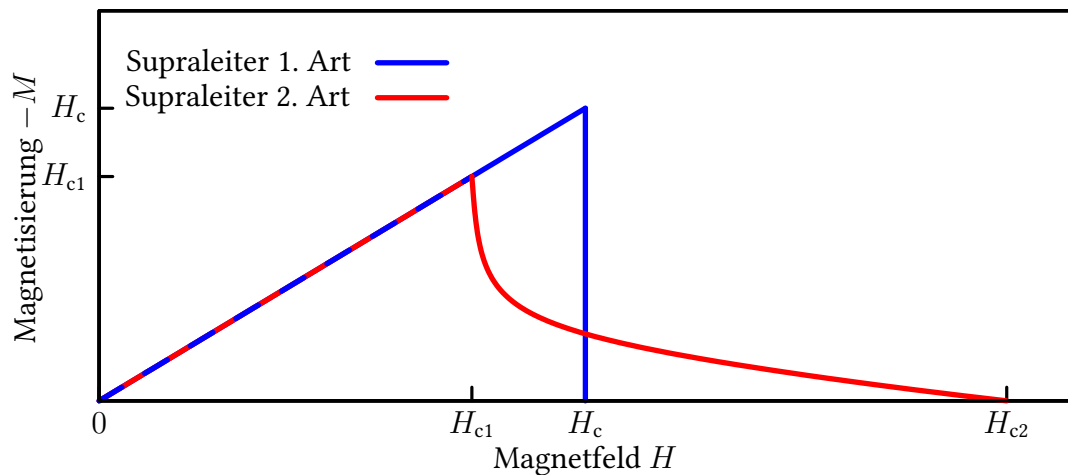
Das Verdrängen eines äußeren Magnetfeldes  $H$  lässt sich durch die Magnetisierung beschreiben:

$$\mathbf{M} = \chi \cdot \mathbf{H},$$

mit der materialabhängigen magnetischen Suszeptibilität  $\chi$ . Für einen idealen Diamagneten wie einen Supraleiter 1. Art gilt  $\chi = -1$ . Durch das Eindringen der Flussschläuche in den Supraleiter 2. Art ab einem Magnetfeld von  $H_{c1}$  wird die Eigenschaft des Supraleiters, ein idealer Diamagnet zu sein, zerstört. Die Magnetisierung nimmt, wie in Abb. 2.2.4 gezeigt, ab. Das maximal erreichbare Magnetfeld  $H_{c2}$  ist deutlich höher als das kritische Magnetfeld eines Supraleiters 1. Art. Über die Magnetisierung lässt sich ein allgemeines thermodynamisches kritisches Feld  $H_{th}$  über [21, 25]

$$H_{th} = \sqrt{2 \int_0^\infty -M(H) dH}$$

definieren. Für einen Supraleiter 1. Art ist  $H_{th}$  das kritische Magnetfeld  $H_c$ , wie in Abb. 2.2.4 visualisiert. Häufig wird  $H_c = H_{th}$  für Supraleiter 1. Art und 2. Art verwendet, so wie nachfolgend in dieser Arbeit.



**Abb. 2.2.4.:** Magnetisierung  $M$  für Supraleiter 1. und 2. Art in einem äußeren Magnetfeld  $H$ . Der Supraleiter 1. Art zeigt bis zum Erreichen des kritischen Magnetfeldes  $H_c$  das Verhalten eines idealen Diamagneten, darüber wird er zum Normalmetall. Bei einem Supraleiter 2. Art ist die Magnetisierung bis zu einem kritischen Feld  $H_{c1}$  identisch zu der eines Supraleiters 1. Art, dann nimmt die Magnetisierung durch das Eindringen von Flussschläuchen ab. Erst bei Erreichen von  $H_{c2}$  bricht die Supraleitung zusammen.

## 2.3. Mikroskopische Theorie der Supraleitung

Eine mikroskopische Theorie zur Supraleitung muss in der Lage sein, die bereits angesprochenen und weitere Eigenschaften eines Supraleiters zu erklären:

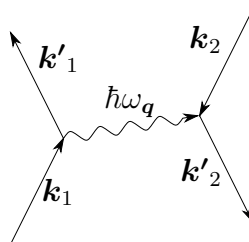
1. verschwindender elektrischer Widerstand
2. MEISSNER-OCHSENFELD-Effekt
3. Phasenübergang 2. Ordnung bei  $T_c$
4. Isotopieeffekt:  $T_c = M^{-1/2}$  [26]
5. Energielücke  $\Delta(T)$  im Anregungsspektrum [27–29]

Erstmals ist es BARDEEN, COOPER und SCHRIEFFER in der von ihnen 1957 vorgestellten Theorie gelungen, diese Eigenschaften mit der nach ihnen benannten BCS-Theorie zu erklären [30].

Eine Voraussetzung der BCS-Theorie ist eine anziehende Wechselwirkung zwischen Leitungselektronen, beschrieben durch das Wechselwirkungspotential [30]

$$-V = \left\langle -\frac{2|M_{\mathbf{q}}|^2}{\hbar\omega_{\mathbf{q}}} + \frac{4\pi e^2}{q^2} \right\rangle_{\text{Av}} \stackrel{!}{<} 0 \quad (2.3.1)$$

mit den Matrixelementen der noch zu beschreibenden anziehenden Wechselwirkung  $M_{\mathbf{q}}$  und der Energieübertragung  $\hbar\omega_{\mathbf{q}}$  zwischen den Elektronen im ersten Term. Der zweite Term beschreibt die Coulomb-Abstoßung der Elektronen mit Impulsübertrag  $\mathbf{q}$  [31]. Für Metalle konnte COOPER erstmals die anziehende Wechselwirkung durch den Austausch virtueller Phononen  $\hbar\omega_{\mathbf{q}}$ , wie der Isotopieeffekt nahelegt, erklären [32]. Der durch die Wechselwirkung entstehende gebundene Zustand zweier Elektronen wird daher als COOPER-Paar bezeichnet. Die in Abb. 2.3.1 dargestellte Bindung zweier Elektronen mit entgegengesetztem Spin zu einem COOPER-Paar mit Spin 0 durch Phononenaustausch wird zunächst anschaulich erläutert.



**Abb. 2.3.1.:** Feynman-Diagramm der anziehenden Wechselwirkung zwischen Elektronen durch ein virtuelles Phonon, die zu einem gebundenen Zustand führt, dem COOPER-Paar.

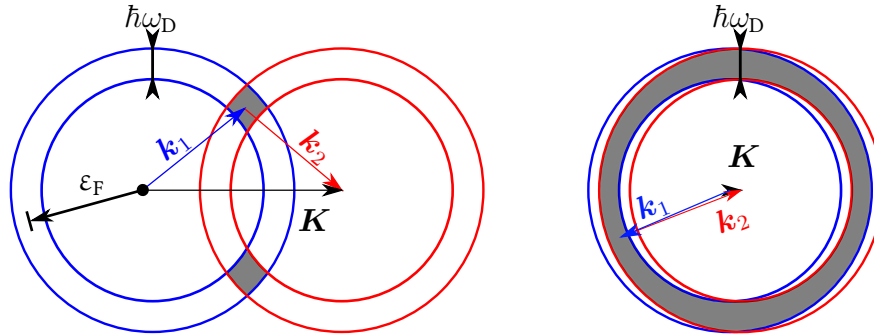
Die sich in Bewegung befindlichen Leitungselektronen eines Metalls mit Impuls  $\mathbf{k}$  bei Temperaturen nahe 0 K ziehen die positiv geladenen Atomrümpfe an. Durch die große Masse der Atomrümpfe im Kristallgitter des Metalls erfolgt ihre Bewegung aufgrund des Elektrons zeitlich verzögert. Die Abstoßung der Coulomb-Wechselwirkung zwischen den beiden Leitungselektronen wird durch die positiven Ionen überkompensiert. Eine anziehende Wechselwirkung zwischen den Elektronen ist möglich. Bei einem Metall nahe des Temperaturnullpunkts sind alle Elektronenzustände bis zur Fermi-Energie  $\varepsilon_F$  besetzt, die Wechselwirkung kann wegen des Pauli-Prinzips nur für Elektronen nahe der Fermi-Schale mit Radius  $\varepsilon_F$  stattfinden. Außerdem ist die Energieübertragung durch das virtuelle Phonon durch die Debye-Frequenz  $\omega_D$  beschränkt auf

$$|E_{k'_1} - E_{k_1}| = \varepsilon < \hbar\omega_D, \quad (2.3.2)$$

mit der Energie des Elektrons vor bzw. nach der Wechselwirkung  $E_{k_1}$  bzw.  $E_{k'_1}$ . Eine weitere Einschränkung ergibt sich für die Impulse  $\mathbf{p} = \hbar\mathbf{k}$  der wechselwirkenden Elektronen. Aufgrund der Erhaltung des Gesamtimpulses

$$\mathbf{k}_1 + \mathbf{k}_2 = \mathbf{k}'_1 + \mathbf{k}'_2 = \mathbf{K}$$

durch die Wechselwirkung und der kleinen Wechselwirkungsenergie sind die Impulse der Elektronen, die zu Cooper-Paaren binden, entgegengesetzt. In Abb. 2.3.2 ist die Wechselwirkung zweier Elektronen im Phasenraum darstellt. Die Kohärenzlänge  $\xi_C$  der zu einem Cooper-Paar gebundenen Elektronen erstreckt sich über (100–1000) nm. Durch die Überlappung von  $1 \cdot 10^6 - 1 \cdot 10^7$  bosonischen Cooper-Paaren beschreibt eine Wellenfunktion den Zustand aller Cooper-Paare.



**Abb. 2.3.2.:** Impulse zweier Elektronen auf der Fermi-Schale mit Radius  $\varepsilon_F$ . Bei beliebigen Impulsen der Elektronen  $\mathbf{k}_1$  und  $\mathbf{k}_2$  (links) gibt es nur einen kleinen Bereich (grau), in den die Elektronen durch die Wechselwirkung streuen können, da der Gesamtimpuls  $\mathbf{K}$  erhalten ist und nur eine Maximalenergie von  $\hbar\omega_D$  übertragen wird. Bei entgegengesetzten Impulsen der Elektronen gibt es eine deutlich größere Wahrscheinlichkeit für eine anziehende Wechselwirkung über Phononen (rechts).

Die genannten Eigenschaften der wechselwirkenden Elektronen zusammen mit der Annahme, dass die Matrixelemente der anziehenden Wechselwirkung  $V$  konstant  $-V_0$  sind und nur für Elektronenenergien in einer Energieschale  $\hbar\omega_D$  um die Fermi-Energie  $\epsilon_F$  von 0 verschieden sind, vereinfachen die quantenmechanische Formulierung und Lösung des Problems. Die Lösung führt letztendlich zu einem Ausdruck für die Bindungsenergie  $\Delta_0$  des Cooper-Paares nahe des Temperaturnullpunktes [33]:

$$\Delta_0 = \hbar\omega_D \exp(-2/V_0\nu_F) = 1,75 \cdot k_b T_c,$$

mit der Zustandsdichte auf der Fermischale  $\nu_F$  und der Stärke der Wechselwirkung  $V_0$ . Da der gefundene Ausdruck für die Bindungsenergie  $\Delta_0 > 0$  ist, liegt ein gebundener Zustand in Form eines Cooper-Paares vor. Die aufzuwendende Energie, um ein Elektron mit Energie  $E_k$  aus einem Cooper-Paar zu erzeugen, beträgt [34, 35]

$$\Delta E = \sqrt{(E_k - \epsilon_F)^2 + \Delta_0^2}.$$

Die minimale Anregungsenergie ist daher  $2\Delta_0$  und entspricht einer Energielücke im Spektrum eines Supraleiters. Die Zustandsdichte der Quasiteilchen im supraleitenden Zustand  $N_s$  ist durch die BCS-Theorie gegeben:

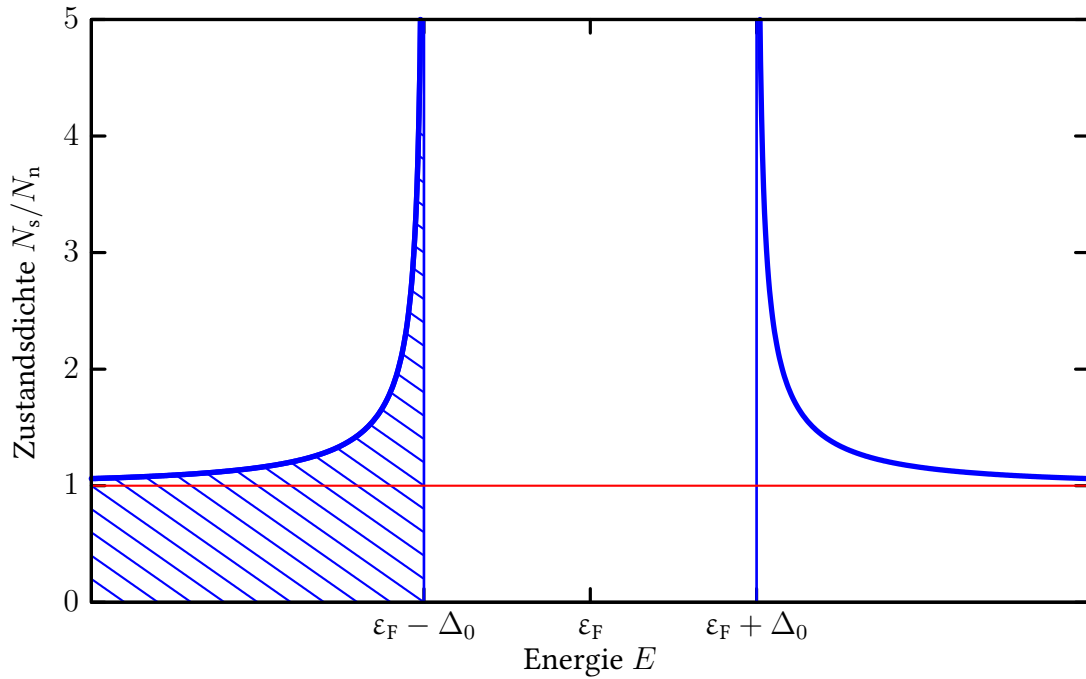
$$N_s(E) = N_n(\epsilon_F) \frac{|E - \epsilon_F|}{\sqrt{(E - \epsilon_F)^2 - \Delta_0^2}},$$

mit der Zustandsdichte  $N_n(\epsilon_F)$  der ungebundenen Elektronen um die Fermi-Energie. Anhand der Zustandsdichte lässt sich die Energielücke eines Supraleiters verdeutlichen (Abb. 2.3.3).

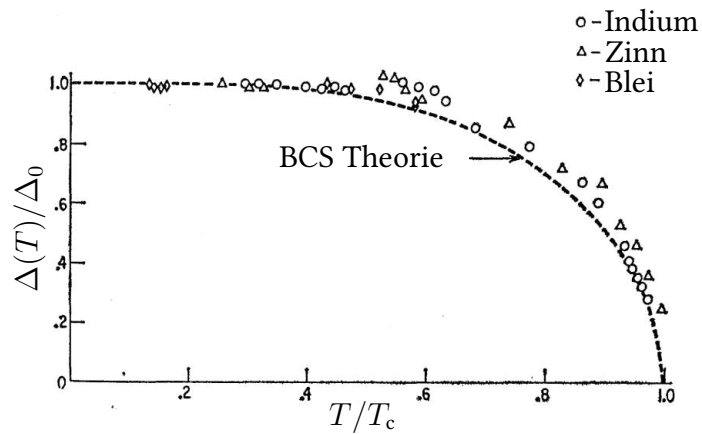
Diese Energielücke trennt den durch Cooper-Paare gebildeten Grundzustand von den angeregten, normalleitenden Zuständen. Bei niedrigen Temperaturen  $T < T_c$  treten im Kristallgitter Energien der Größenordnung  $k_b T_c$  auf, die kleiner als die Energielücke  $2\Delta_0 = 3,5k_b T_c$  sind und den Grundzustand nicht anregen können. Eine Wechselwirkung der Cooper-Paare mit dem Kristallgitter ist nicht möglich. Die Cooper-Paare bilden die Ladungsträger des Supraleitenden Zustandes, aufgrund der fehlenden Wechselwirkung mit dem Kristallgitter ist die elektrische Leitung widerstandsfrei. Für Temperaturen  $0 \ll T < T_c$  gibt es eine empirische Formel für die Energielücke, die relativ gut mit experimentellen Daten übereinstimmt:

$$\Delta(T) = 3,2k_b T_c (1 - (T/T_c))^{1/2}. \quad (2.3.3)$$

Auffällig ist, dass die reduzierten Größen  $\Delta(T)/\Delta_0$  und  $H_c(T)/H_c$  (s. Gl. (2.1.1)) für alle Metalle die gleiche Abhängigkeit von der reduzierten Temperatur  $T/T_c$  zeigen, wie in Abb. 2.3.4 für die Energielücke dargestellt.



**Abb. 2.3.3.:** Zustandsdichte eines Supraleiters  $N_s$  (blau) in Einheiten der Zustandsdichte eines Normalleiters  $N_n$  nahe der Fermi-Energie  $\epsilon_F$ . Bei  $T = 0$  K füllen die supraleitenden Ladungsträger den schraffierten Bereich unterhalb der Energie  $\epsilon_F$ .



**Abb. 2.3.4.:** Vergleich der reduzierten Energielücke über der reduzierten Temperatur mit Experimentellen Daten. Unabhängig vom Metall ist die Gesetzmäßigkeit die gleiche. Aus [36].

### 3. Supraleitung in der Beschleunigerphysik

Die fortschreitende Grundlagenforschung erfordert immer höhere Teilchenenergien für die Betrachtung immer kleinerer Maßstäbe. Die hohen zu erreichenden Energien lassen sich für hohe Einschaltdauern bis hin zum cw-Betrieb (Continuous Wave) wirtschaftlich nur mit supraleitenden Beschleunigungsstrecken erreichen. Die Verlustleistungen von supraleitenden Kavitäten sind im cw-Betrieb um Größenordnungen kleiner als die Verlustleistungen normalleitender Kavitäten, außerdem lassen sich durch die hohen erreichbaren elektrischen Feldstärken die Beschleunigungsstrecken verkürzen. Diese Vorteile stehen einer deutlich komplexeren Kühlung der supraleitenden Kavitäten gegenüber. Für den Betrieb von supraleitenden Kavitäten ist der Einsatz von Heliumverflüssigern erforderlich, die flüssiges Helium bei 2 K zur Verfügung stellen. Bei normalleitenden Kavitäten wird die entstehende Wärme mit Kühlwasser abgeführt. Für den gepulsten Betrieb mit niedrigen Einschaltdauern können normalleitende Beschleunigungsstrecken aufgrund der niedrigeren statischen Verluste wirtschaftlich vorteilhafter sein [37].

Dieses Kapitel führt zunächst in die Hochfrequenzsupraleitung ein, die sich durch einen nicht verschwindenden elektrischen Widerstand von den bisherigen Betrachtungen unterscheidet. Anschließend werden die für die Beschleunigerphysik wichtigen charakteristischen Größen supraleitender Kavitäten eingeführt, wie die Güte  $Q_0$  und die Beschleunigungsfeldstärke  $E_{\text{acc}}$  und wie diese Größen gemessen werden können. Der abschließende Teil befasst sich mit dem aktuellen Stand der Technik.

#### 3.1. Hochfrequenzsupraleitung

Bisher wurde nur das Verhalten eines Supraleiters in konstanten Feldern betrachtet. In einem elektromagnetischen Wechselfeld ist die supraleitende Phase nur bis zu einer bestimmten Grenzfrequenz erhalten, über dieser wird der Festkörper normalleitend. Diese Grenze ist bei  $T = 0$  über die Energielücke des Supraleiters von  $2\Delta_0$  durch eine Photonenenergie des elektromagnetischen Wechselfeldes von  $\hbar\omega = 2\Delta_0$  gegeben. Dies bedeutet, dass die Energielücke eines Supraleiters über eine Transmissionsmessung mit Photonen der richtigen Energie gemessen werden kann [38]. Sobald die Temperatur von Null verschieden ist, wird die widerstandsfreie Leitfähigkeit eines Supraleiters auch bei deutlich niedrigeren Frequenzen aufgehoben und ein nicht verschwindender Widerstand wird beobachtet. Neben diesem Oberflächenwiderstand gibt es auch eine Limitierung des maximalen magnetischen Feldes bei Hochfrequenzsupraleitung, das im anschließenden Abschnitt behandelt wird.



### 3.1.1. Oberflächenwiderstand

Im Folgenden soll der Zusammenhang zwischen diesem Oberflächenwiderstand  $R_{\text{BCS}}$ , der Kreisfrequenz  $\omega$  und der Temperatur  $T$  mit Hilfe eines Zwei-Fluid-Modells abgeschätzt werden, wie es in [39] durchgeführt wird. Aus der Rechnung können einige interessante Eigenschaften abgeleitet werden. Der Oberflächenwiderstand im elektrischen Hochfrequenzfeld ist gegeben durch

$$R = \frac{1}{\delta \sigma} \quad (3.1.1)$$

mit der Eindringtiefe des magnetischen Feldes  $\delta$  und der Leitfähigkeit  $\sigma$ . Bei einem Supraleiter entspricht die Eindringtiefe  $\delta$  näherungsweise der LONDON'schen Eindringtiefe  $\lambda_L$ . Im Folgenden wird ein Ausdruck für die Leitfähigkeit  $\sigma$  eines Supraleiters gesucht. Die Leitungselektronen in einem Supraleiter mit  $T < T_c$  lassen sich in supraleitende (gebundene) Elektronen  $n_s$  und normalleitende (ungebundene) Elektronen  $n_n$  mit  $n = n_s + n_n$  einteilen [40, 41]. Die Leitfähigkeit der ungebundenen Elektronen kann über das DRUDE-Model [42, 43] veranschaulicht werden. Die Elektronen des Metalls werden vereinfacht als freies Elektronengas betrachtet. Durch Stöße mit den Gitterionen verlieren diese Elektronen Energie. Die Leitfähigkeit der ungebundenen Elektronen lässt sich zu

$$\sigma_n = \frac{n_n e^2}{m_e} \cdot \tau = \frac{n_n e^2}{m_e} \cdot \frac{l}{v_F}, \quad (3.1.2)$$

mit der mittleren Stoßzeit (Relaxationszeit)  $\tau$ , der mittleren freien Weglänge der Elektronen  $l$  und der Fermi-Geschwindigkeit  $v_F$ , abschätzen. Unter Annahme eines Wechselstromes

$$j(t) = j_0 \exp(-i\omega t)$$

mit Kreisfrequenz  $\omega = 2\pi f$  und mit den LONDON-Gleichungen (2.1.2) lässt sich die Leitfähigkeit der gebundenen Elektronen zu

$$i\sigma_s = i \frac{n_s e^2}{m\omega} = \frac{i}{\mu_0 \omega \lambda_L^2}$$

bestimmen. Über die Leitfähigkeit  $\sigma = \sigma_n + i\sigma_s$  lässt sich der Oberflächenwiderstand eines Hochfrequenz-Supraleiters über Gl. (3.1.1) berechnen:

$$R_{\text{BCS}} = \frac{1}{\delta} \Re \left\{ \frac{1}{\sigma_n + i\sigma_s} \right\} = \frac{1}{\lambda_L} \cdot \frac{\sigma_n}{\sigma_s^2 + \sigma_n^2} \approx \frac{1}{\lambda_L} \cdot \frac{\sigma_n}{\sigma_s^2},$$

mit  $\tau \gg 1/\omega$ . Die Leitfähigkeit durch die ungebundenen Elektronen hängt im wesentlichen von ihrer Anzahl  $n_n$  ab, die für  $T < T_c$  durch den Boltzmann-Faktor

$$n_n \propto \exp(-\Delta/k_b T)$$

gegeben ist. So ergibt sich für den Oberflächenwiderstand

$$R_{\text{BCS}} = A(T) \cdot \lambda_L^3 \cdot l \cdot \omega^2 \exp(-\Delta/k_b T), \quad (3.1.3)$$

mit einer temperaturabhängigen Materialkonstanten  $A(T)$ . Diese Gleichung ist gültig solange die mittlere freie Weglänge der ungebundenen Elektronen  $l$  viel größer als die Kohärenzlänge  $\xi_{\text{GL}}$  ist. Für reine Metalle, die sich durch eine reduzierte Anzahl an Fremdatomen im Kristallgitter auszeichnen, ist dies nicht der Fall, und  $\lambda_L$  in Gl. (3.1.3) muss durch eine effektive Eindringtiefe ersetzt werden [27, 44]:

$$\lambda_{\text{eff}} = \lambda_L \sqrt{1 + \xi_0/l}.$$

Ein Stoff mit niedriger mittlerer freien Weglänge der Elektronen  $l$ , d.h. einem hohen normalleitenden Widerstand (vgl. Gl. (3.1.2)), weist einen niedrigen supraleitenden Hochfrequenzwiderstand (vgl. Gl. (3.1.3)) auf. Ein Supraleiter mit höherer Sprungtemperatur  $T_c$  hat nach Gl. (2.3.3) eine größere Energielücke  $2\Delta$ , und daraus resultierend einen niedrigeren Hochfrequenzwiderstand. Gleichung (3.1.3) lässt sich in guter Näherung für  $T < T_c/2$  an experimentelle Daten für Niob anpassen [39]:

$$R_{\text{BCS}} \approx 2 \cdot 10^{-4} \Omega \text{ K} \left( \frac{f}{1,5 \text{ GHz}} \right)^2 \frac{\exp(-17,67 \text{ K}/T)}{T}, \quad (3.1.4)$$

berücksichtigt aber nicht den Einfluss des normalleitenden Widerstandes auf den Oberflächenwiderstand  $R_{\text{BCS}}$  durch die Reinheit des betrachteten Niobs. Die Reinheit bzw. Qualität des verwendeten Niobs wird mit dem Verhältnis des normalleitenden Gleichstromwiderstandes nahe an  $T_c$  zum supraleitenden Gleichstromwiderstand nahe an  $T_c$  als Restwiderstandsverhältnis RRR (Residuel Resistance Ratio) angegeben. Die in Gl. (3.1.4) angegebene Abschätzung gilt für Niob mit einem RRR von ca. 300. Anhand von Gl. (3.1.4) lässt der Einfluss der Temperaturabsenkung des Heliumbades supraleitender Beschleunigungsstrecken von 4 K auf 2 K auf den Oberflächenwiderstand verdeutlichen:  $R_{\text{BCS}}$  reduziert sich um 98 %.

### 3.1.2. Kritisches Magnetfeld bei hochfrequenten Wechselfeldern

Für einen Supraleiter in einem elektromagnetischem Hochfrequenzfeld müssen die kritischen Felder  $H_c$  und  $H_{c1}$  um ein höher liegendes kritisches Magnetfeld  $H_{\text{sh}}$  er-

gänzt werden [45–48]. Die Relaxationszeit der Flussschläuche ist deutlich größer als die Schwingungsperiode des elektromagnetischen Feldes, wodurch der Festkörper zwischen  $H_c$  bzw.  $H_{c1}$  und  $H_{sh}$  im Inneren vollständig supraleitend bleibt. Er befindet sich in einem metastabilen, überhitzten Zustand. Phänomänologisch lässt sich für die Temperaturabhängigkeit des überhitzten Feldes der Zusammenhang [45]

$$H_{sh} = c(\kappa)H_c (1 - (T/T_c)^2)$$

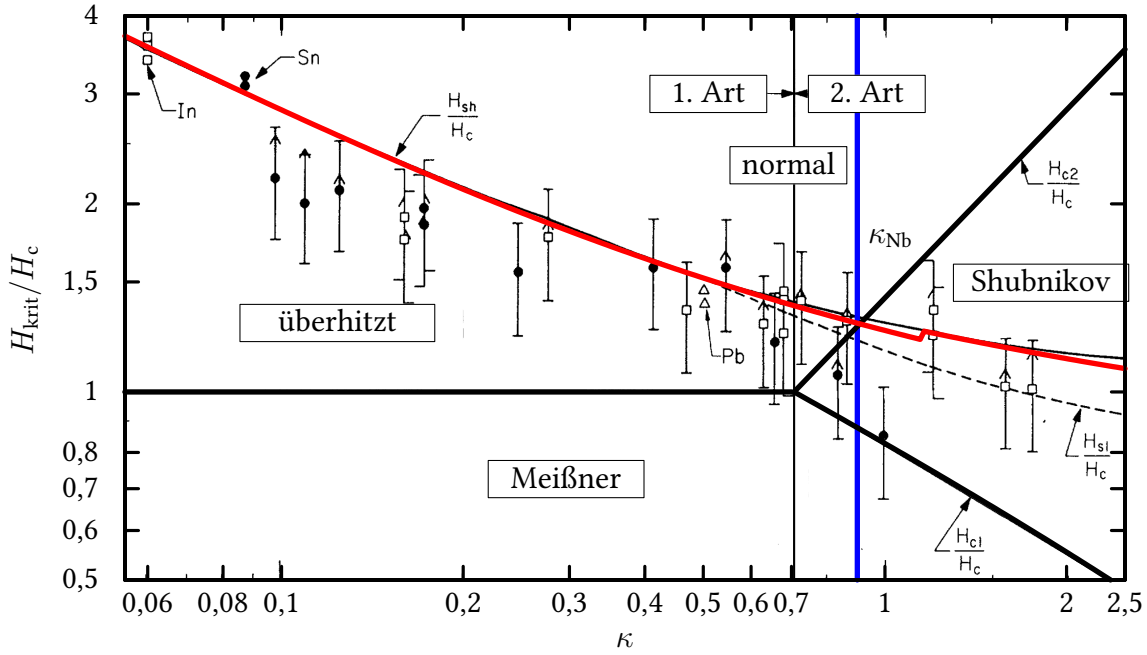
finden. Die Abhängigkeit der reduzierten Größen  $H_{sh}/H_c$  und  $T/T_c$  ist abhängig von der Materialkonstanten  $\kappa$ . Approximationen numerischer Lösungen der GINSBURG-LANDAU-Gleichungen führen auf [47, 49]

$$\begin{aligned} \text{für } \kappa > \kappa_c : \quad H_{sh}/H_c &= \frac{\sqrt{10}}{6} + 0,3852\kappa^{-1/2}\sqrt{2} \\ \text{für } \kappa < \kappa_c : \quad H_{sh}/H_c &= 2^{-3/4}\kappa^{-1/2}\sqrt{2}\frac{1 + 4,682\,512\,0\kappa + 3,347\,831\,5\kappa^2}{1 + 4,019\,599\,4\kappa + 1,000\,571\,2\kappa^2}, \end{aligned} \quad (3.1.5)$$

mit der Grenze  $\kappa_c = 1,495$ . Diese Approximationen sind zusammen mit Messungen des überhitzten Magnetfeldes in Abb. 3.1.1 dargestellt. Bisher wurde noch kein Material gefunden, dass die durch  $H_{sh}$  gegebene Grenze für Hochfrequenzfelder überschreitet. Es wird angenommen, dass  $H_{sh}$  die Grenze des Magnetfeldes für Hochfrequenzsupraleitung darstellt. Für Niob mit  $\kappa > 0,9$  existiert für hochfrequente elektromagnetische Felder ein Magnetfeld  $H_{c1} < H < H_{sh}$ , für das noch keine Flussschläuche gebildet werden, der Supraleiter bleibt im Inneren vollständig feldfrei.

Die einzelligen 3-GHz-Kavitäten, die im Kap. 5.1 ausführlich behandelt werden, haben in Simulationen bei einem Beschleunigungsfeld von  $26 \text{ MV m}^{-1}$  eine in die Oberfläche eindringende magnetische Flussdichte von maximal 115 mT. Für Kavitäten verwendetes Niob ( $\kappa \approx 1,4$ ) weist eine superkritische Flussdichte von 240 mT auf [50]. Die theoretische obere Grenze für das erreichbare Beschleunigungsfeld der einzelligen Kavitäten liegt somit bei  $54 \text{ MV m}^{-1}$ . Allerdings gibt es weitere physikalische Effekte wie Feldemission und Multipacting, die die erreichbaren elektromagnetischen Feldstärken in Kavitäten für Teilchenbeschleunigung stark einschränken können [39].

Es ist wichtig, dass die Kavitäten in einem möglichst magnetfeldfreiem Raum abgekühlt werden. Ein Abkühlen eines Supraleiters 2. Art in einem äußerem Magnetfeld sorgt für Einschlüsse von Flussschläuchen in den Supraleiter. Diese Einschlüsse erhöhen den Oberflächenwiderstand der Kavität und damit die Leistungsfähigkeit des Beschleunigers.



**Abb. 3.1.1.:** Messung des überhitzten kritischen Magnetfeldes  $H_{sh}$  für Hochfrequenzfelder an verschiedenen Metallen und Legierungen über dem GINSBURG-LANDAU Parameter  $\kappa$ . In rot ist das überhitzte Feld  $H_{sh}$ , in blau  $\kappa$  für reines Niob hervorgehoben. Aus [46].

### 3.2. Unbelastete Güte und Oberflächenwiderstand

Eine zentrale Rolle bei der Charakterisierung von supraleitenden Kavitäten spielt die *unbelastete Güte*  $Q_0$ , die über

$$Q_0 = \frac{\omega U}{P_{\text{dis}}}$$

mit der gespeicherten Energie  $U$ , der Eigenkreisfrequenz  $\omega$  des Resonators und der in den Wänden dissipierten Leistung  $P_{\text{dis}}$  definiert ist. Die gespeicherte Energie berechnet sich aus Integration des magnetischen Feldes  $\mathbf{H}$  über das Resonatorvolumen  $V$  und die dissipierte Leistung aus Integration des Feldes  $\mathbf{H}$  über die innere Oberfläche  $A$  des Resonators. In der sich daraus ergebenden Gleichung

$$Q_0 = \frac{\omega \mu_0 \int_V |\mathbf{H}(r)|^2 dV}{R_s \oint_A |\mathbf{H}(r)|^2 dA}$$

für die unbelastete Güte lässt sich der Geometriefaktor  $G$  definieren, der invariant unter geometrischer Skalierung ist:

$$G = \frac{\omega \mu_0 \int_V |\mathbf{H}(r)|^2 dV}{\oint_A |\mathbf{H}(r)|^2 dA}.$$

Der Geometriefaktor wird durch Computersimulationen bestimmt und erlaubt eine einfachere Darstellung der Güte:

$$Q_0 = \frac{G}{R_s}, \quad (3.2.1)$$

mit dem Oberflächenwiderstand  $R_s$ . Dieser wird durch den BCS-Widerstand der Hochfrequenzsupraleitung  $R_{\text{BCS}}$  und einem materialabhängigen Restwiderstand  $R_{\text{res}}$  beschrieben:

$$R_s = R_{\text{BCS}}(T, f) + R_{\text{res}},$$

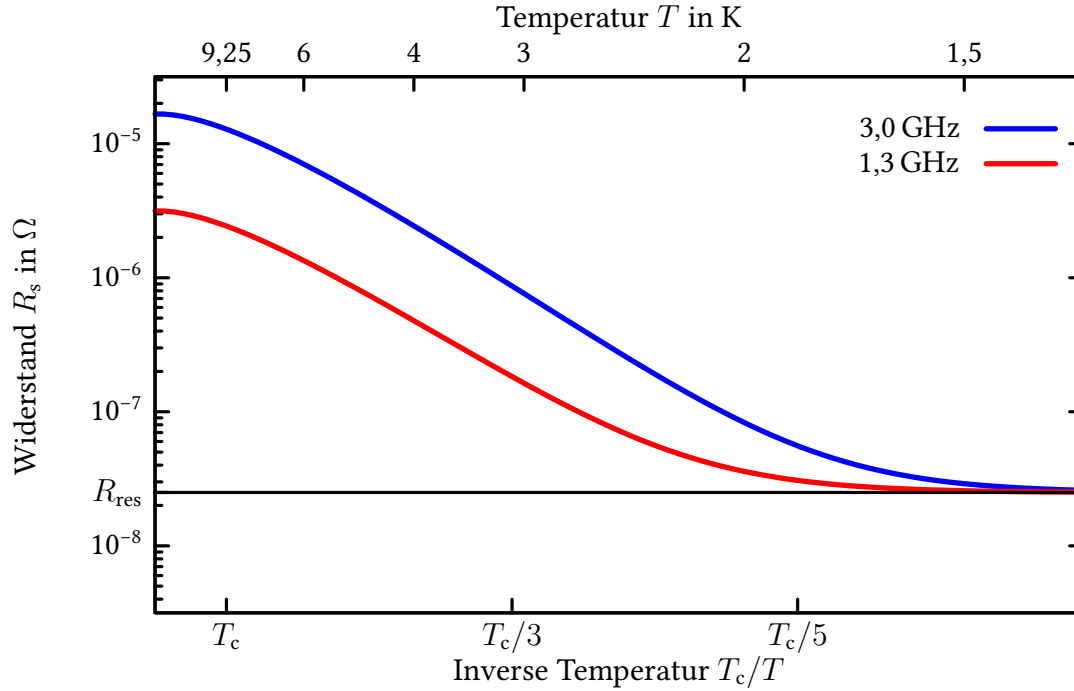
mit dem BCS-Widerstand aus Gl. (3.1.4) und dem Restwiderstand

$$R_{\text{res}} = R_{\text{mag}} + R_{\text{mat}}, \quad (3.2.2)$$

der sich aus dem im Niob eingefangenen Magnetfeld und der Reinheit des Materials ergibt. In Abb. 3.2.1 ist der Oberflächenwiderstand über der Temperatur für verschiedene Frequenzen aufgetragen. Der deutliche Unterschied des Widerstandes zwischen 4 K (flüssiges Helium bei Normaldruck) und 2 K macht deutlich, warum für den Betrieb von supraleitenden Beschleunigeranlagen der Dampfdruck des Heliums auf 35 mbar oder weniger reduziert wird. Die Reduzierung der Betriebsfrequenz verbessert die Leitfähigkeit des Materials, führt jedoch zu entsprechend größeren Kavitäten. Als guter Kompromiss für hochenergetische Elektronenstrahlen haben sich die neunzelligen European-XFEL Kavitäten mit einer Betriebsfrequenz von 1,3 GHz herausgestellt, die gegenüber den 3 GHz-Kavitäten des S-DALINAC einen auf 1/5 reduzierten BCS-Anteil aufweisen.

### 3.3. Elektromagnetische Feldstärken

Von großer Bedeutung für die Verwendung an Beschleunigeranlagen sind die hohen erreichbaren elektrischen Feldstärken supraleitender Kavitäten im cw-Betrieb gegenüber normalleitenden Kavitäten [37]. Wichtige Größen für die Charakterisierung von



**Abb. 3.2.1.:** Abhängigkeit des Widerstandes der Hochfrequenzsupraleitung von der Temperatur  $T$  und der Frequenz  $f$ .

supraleitenden Kavitäten sind neben der Güte  $Q_0$  auch die Beschleunigungsfeldstärke  $E_{\text{acc}}$  sowie die maximalen Feldstärken an der Oberfläche  $E_{\text{peak}}$  und  $H_{\text{peak}}$ . Im Beschleunigerbetrieb lässt sich die Beschleunigungsfeldstärke aus einer Energiemessung der beschleunigten geladenen Teilchen bestimmen, für Testmessungen in Testkryostaten stehen aber üblicherweise keine geladenen Teilchen zur Verfügung. Aus elektromagnetischen Feldsimulationen lassen sich einige Beziehungen ableiten, die dennoch eine Ermittlung der genannten Größen aus gemessenen Größen erlaubt. Für die Beschleunigungsfeldstärke lässt sich die Beziehung

$$E_{\text{acc}} = \frac{U_{\text{acc}}}{l} = \sqrt{R/Q \cdot Q_0 \cdot P_{\text{dis}}} \cdot l^{-1} \quad (3.3.1)$$

mit der unbelasteten Güte  $Q_0$ , der in den Wänden dissipierten Leistung  $P_{\text{dis}}$  und der Beschleunigungsspannung  $U_{\text{acc}}$  aufstellen. Die geometrische Shuntimpedanz, auch „ $R$  über  $Q$ “ genannt, erlaubt, wie der Geometriefaktor  $G$ , verschiedene Geometrien unabhängig von Oberflächenwiderstand  $R_s$  und Größe der Kavität zu vergleichen. Sie ist definiert über

$$R/Q = \frac{U_{\text{acc}}^2}{P_{\text{dis}} Q_0}$$

mit der Shuntimpedanz  $R_a$ . Das effektive elektrische Beschleunigungsfeld einer Kavität mit höherer geometrischer Shuntimpedanz  $R/Q$  ist bei gleicher zugeführter Hochfrequenzleistung höher. Die maximalen Oberflächenfeldstärken

$$\begin{aligned} E_{\text{peak}} &= \kappa_e E_{\text{acc}} \\ H_{\text{peak}} &= \kappa_h E_{\text{acc}} \end{aligned} \quad (3.3.2)$$

sind proportional zur Beschleunigungsfeldstärke. Die Proportionalitätskonstanten werden über elektromagnetische Feldsimulationen ermittelt. Am Beispiel einzelliger 3 GHz-Kavitäten wird dies im Kap. 5.1 dargestellt.

### 3.4. Grundlagen der Gütemessung

Dieser Abschnitt fasst die Grundlagen zur Gütemessung und Ermittlung der elektromagnetischen Feldstärken zusammen. Die verschiedenen Möglichkeiten zur Messung der Güte werden ausführlich in [39, 51–53] beschrieben. Eine ausführliche Betrachtung aller für die in dieser Arbeit durchgeführten Gütemessungen relevanten Formeln inklusiver der Berechnung der Unsicherheiten ist im Anhang unter Abs. A gegeben.

Wird eine Kavität mit gepulster Hochfrequenzleistung  $P_f$  mit passender Frequenz betrieben, so ergeben sich die in Abb. 3.4.1 dargestellten Verläufe für die am Einkoppler rücklaufende Leistung  $P_r$ . Wichtig ist, dass die Pulsänge lang genug für das Erreichen eines Gleichgewichtszustandes ist. Für Regelungszwecke wird dem Feld der Kavität die Leistung  $P_t$  über eine Auskoppelantenne entzogen. Im Vergleich zu  $P_f$  und  $P_{\text{dis}}$  ist diese Leistung üblicherweise vernachlässigbar klein. Für den Betrieb der Kavität wird weiterhin eine Einkoppelantenne benötigt. Die über die Antennen zur Ein- und Auskopplung zusätzlich zu  $P_{\text{dis}}$  entzogene Leistung  $P_e$  und  $P_t$  motiviert die Einführung einer belasteten Güte

$$\begin{aligned} Q_L &= \frac{\omega U}{P_{\text{dis}} + P_e + P_t} \\ \frac{1}{Q_L} &= \frac{P_{\text{dis}}}{\omega U} + \frac{P_e}{\omega U} + \frac{P_t}{\omega U} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_e} + \frac{1}{Q_t}, \end{aligned} \quad (3.4.1)$$

mit den externen Güten des Einkopplers  $Q_e$  und des Auskopplers  $Q_t$ . Für die Kopplungsfaktoren des Ein- und Auskopplers gilt dann:

$$\begin{aligned} \beta_e &= \frac{Q_0}{Q_e} = \frac{P_e}{P_{\text{dis}}} \\ \beta_t &= \frac{Q_0}{Q_t} = \frac{P_t}{P_{\text{dis}}}. \end{aligned}$$

Die unbelastete Güte lässt sich nicht direkt messen, es lässt sich aber der Zusammenhang

$$Q_0 = (1 + \beta_e + \beta_t) \cdot Q_L$$

zwischen der belasteten und unbelasteten Güte aufstellen. Die Kopplung  $\beta_e$  ist üblicherweise viel größer als diejenige des Auskopplers  $\beta_t$ , sodass  $\beta_t$  vernachlässigt werden kann. Die Abfallszeit  $\tau_L$  der belasteten Kavität ergibt sich aus einer Anpassung von

$$P(t) = P_e \exp(-t/\tau_L)$$

an die Rücklaufleistung  $P_r$  (blau in Abb. 3.4.1) am Ende eines Pulses. Das Ende des Pulses ist definiert durch das Abschalten der Vorlaufleistung  $P_f$ . Für die unbelastete Güte gilt dann

$$Q_0 = 2\pi f_0(1 + \beta)\tau_L,$$

mit  $Q_L = 2\pi f_0\tau_L$  und  $\beta = \beta_e$ . Die Kopplung  $\beta$  kann über die Gleichungen

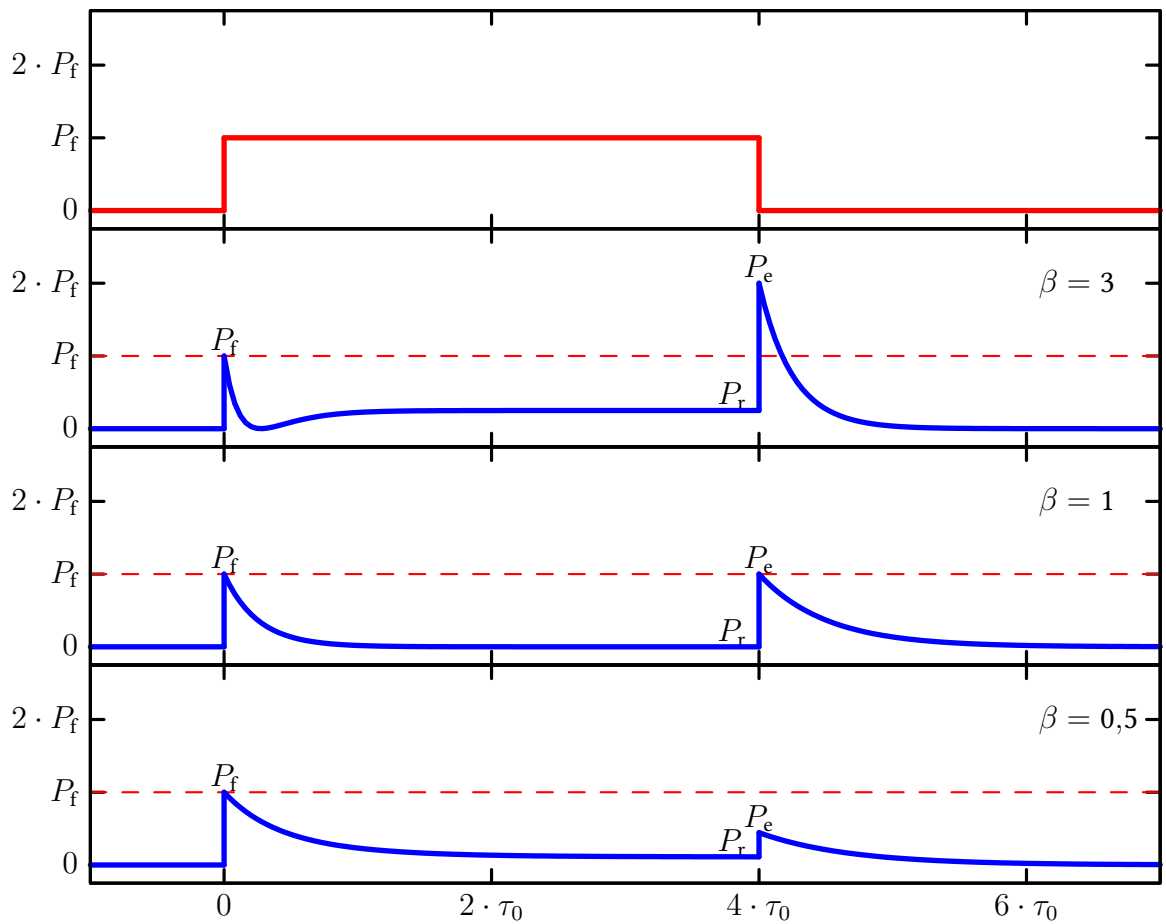
$$\begin{aligned}\beta_{fr} &= \frac{1 \pm \sqrt{P_r/P_f}}{1 \mp \sqrt{P_r/P_f}} \\ \beta_{fe} &= \frac{1}{2\sqrt{P_f/P_e} - 1} \\ \beta_{fret} &= \frac{P_e}{P_f - P_r - P_t}\end{aligned}$$

aus den in Abb. 3.4.1 markierten Leistungen berechnet werden. Die Beschleunigungsfeldstärke  $E_{acc}$  und die maximalen Oberflächenfeldstärken des magnetischen und elektrischen Feldes in der einzelligen Kavität lassen sich dann über die in Tab. 5.1.2 gegebenen Parameter  $R/Q$ ,  $\kappa_e$  und  $\kappa_h$  über

$$\begin{aligned}E_{acc} &= \sqrt{R/Q \cdot Q_0 \cdot P_{dis}} \cdot l^{-1} \\ E_{peak} &= E_{acc} \cdot \kappa_e \\ H_{peak} &= E_{acc} \cdot \kappa_h \\ B_{peak} &= \mu_0 H_{peak}\end{aligned} \tag{3.4.2}$$

bestimmen.





**Abb. 3.4.1.:** Qualitative Darstellung der gemessenen rücklaufenden Leistung  $P_r$  (blau) bei gepulster Vorlaufleistung  $P_f$  (rot) für verschiedene Einkopplungen  $\beta$  über der Zeit in Einheiten der Abfallszeit  $\tau_0$ . Die emittierte Leistung  $P_e$  wird erst nach Abschalten der Vorlaufleistung sichtbar.

Hohe elektrische Feldstärken erzeugen Feldemissionen von Elektronen an der Oberfläche der Kavität, vor allem an der Iris. Die freigesetzten Elektronen entziehen der Kavität Energie, die in den bisherigen Betrachtungen nicht berücksichtigt ist und die sich nicht direkt messen lässt. Um dennoch eine Aussage treffen zu können, wird die Proportionalität zwischen der in den Feldern der Kavität gespeicherten Energie  $U$  und der ausgekoppelten Leistung  $P_t$  betrachtet:

$$U = \kappa \cdot P_t$$

Die Proportionalitätskonstante  $\kappa$  wird bei kleinen Feldstärken, bei der keine Feldemissionen auftreten, aus einer Gütemessung über Abfallszeit bestimmt. Bei hohen Feldstärken ergeben sich die Felder über die bekannten Gleichungen 3.4.2 über

$$E_{\text{acc}} = \sqrt{R/Q\omega_0 U} \cdot l^{-1},$$

für die unbelastete Güte gilt

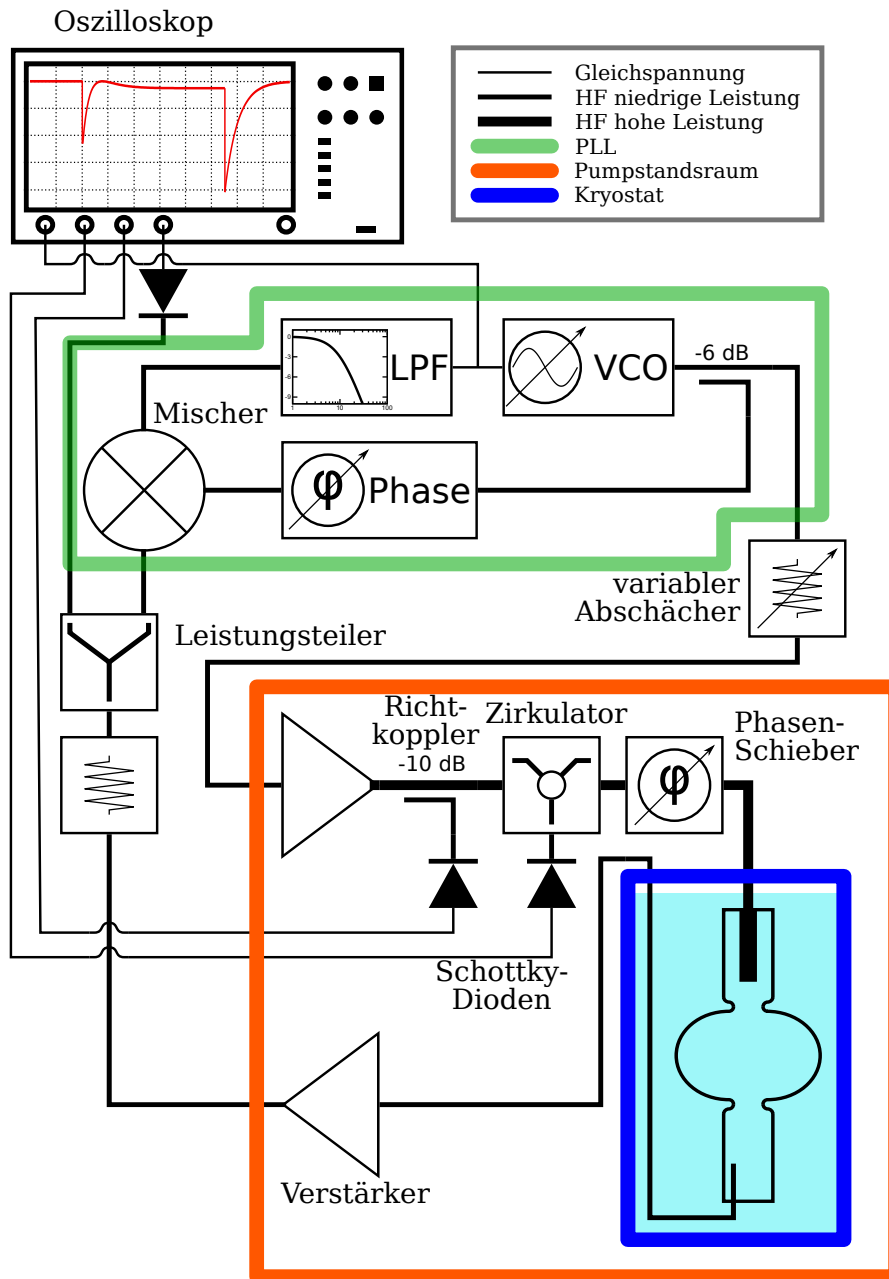
$$Q_0 = \frac{(1 + \beta)^2 \omega_0}{4\beta^2 P_f} \cdot U.$$

Für eine Messung der unbelasteten Güte über der Beschleunigungsfeldstärke wird also zunächst eine Abfallszeitmessung bei niedriger Vorlaufleistung  $P_f$  zur Bestimmung des Proportionalitätsfaktors  $\kappa$  durchgeführt, und anschließend die Proportionalität zwischen ausgekoppelter Leistung  $P_t$  und gespeicherter Energie  $U$  ausgenutzt.

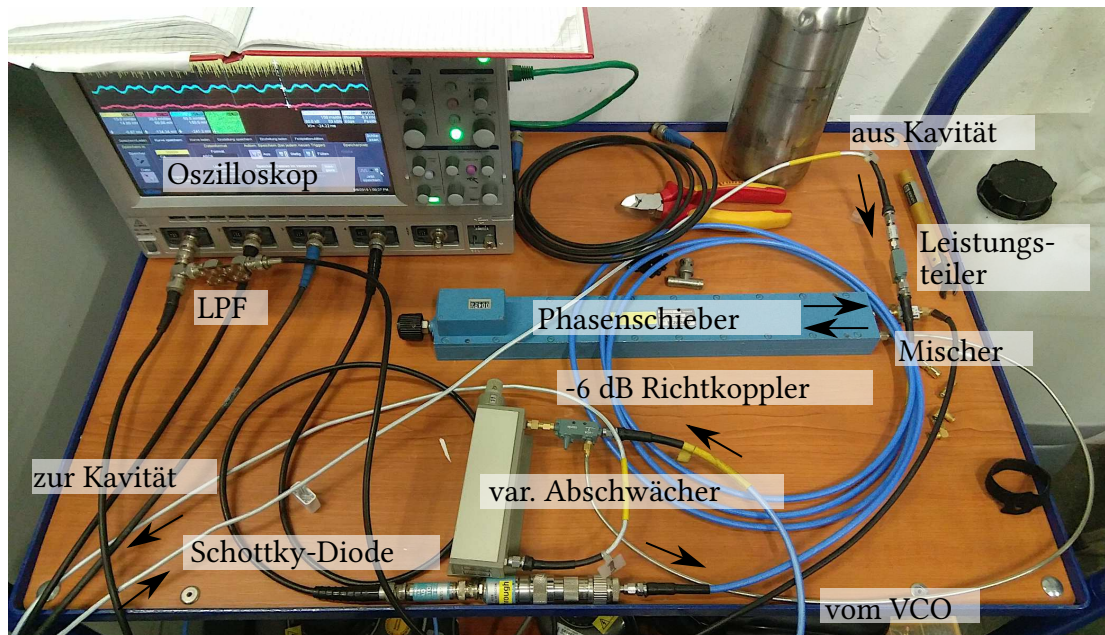
In Abb. 3.4.2 ist ein Aufbau zur Gütemessung an supraleitenden Kavitäten schematisch dargestellt. Um sicherzustellen, dass der Frequenzgenerator (VCO) ein HF-Signal mit der zur Kavität passenden Frequenz erzeugt, wird eine Phasenregelschleife (Phase Locked Loop, PLL) [54] eingesetzt. Die PLL vergleicht das aus der Kavität ausgekoppelte Signal  $P_t$  mit dem vom Frequenzgenerator erzeugten Signal, und stellt die Frequenz des VCO über einen analogen Modulationseingang nach. Dieses vorlaufende Signal wird über einen HF-Verstärker auf maximal 1 W verstärkt. Ein Teil des Signals wird über einen 10 dB Richtkoppler für eine Messung der Vorlaufleistung über eine Schottky-Diode abgezweigt. Der Großteil der Vorlaufleistung wird in den Einkoppler der Kavität eingebracht. Die unterschiedlichen Impedanzen von Kavität und Einkoppler führen zu Reflektionen an der Kavität. Die reflektierte Leistung überlagert mit der aus der Kavität ausgekoppelten Leistung zu einer rücklaufenden Leistung  $P_r$ . Je nach Größe der Rücklaufleistung können verschiedene HF-Komponenten für die Messung dieser verwendet werden. Bei niedrigen Leistungen, wie bei den einzelligen Kavitäten der Fall, bietet sich die Verwendung von einem Zirkulator an. Mit diesem steht die gesamte Rücklaufleistung für die Messung mit einer Schottky-Dioden zur Verfügung. Bei hohen Leistungen bietet sich die Verwendung von Richtkopplern an, da diese das

HF-Signal abschwächen. Über (variable) Abschwächer und Verstärker wird sichergestellt, dass die Signalamplituden für den Betrieb der PLL passend sind, so benötigt der Mischer Eingangspegel zwischen (0–10) dB.

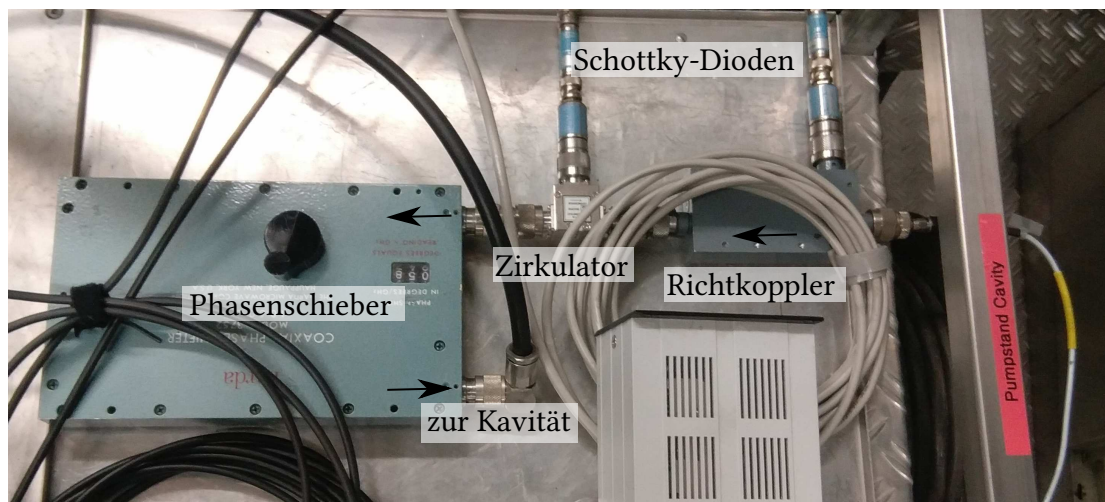
Ein Teil der PLL sowie das für die Aufzeichnung der Spannungen der Schottky-Dioden verwendete Oszilloskop ist in Abb. 3.4.3 gezeigt. An diesem Aufbau findet die Einstellung der PLL und die Variation der Vorlaufleistung statt. Die HF-Verstärker sind möglichst nah am Kryostaten, um die Signalwege kurz zu halten. Der Richtkoppler zur Messung der Vorlaufleistung und der Zirkulator für die Messung der Rücklaufleistung sind in 3.4.4 abgebildet.



**Abb. 3.4.2.:** Der für die Gütemessungen verwendete Aufbau. Die PLL (grünes Rechteck) mit Tiefpassfilter (LPF) stellt sicher, dass die Frequenz des Frequenzgenerators (VCO) immer die Resonanzfrequenz der Kavität trifft. Um die Signalwege kurz zu halten, werden die Signale möglichst nah am vertikalen Badkryostat im Pumpstandsraum abgegriffen (orangenes Rechteck).



**Abb. 3.4.3.:** Foto des Gütemessaufbaues im Klystronraum. Der digitale VCO ist nicht dargestellt, da sich dieser in einem separaten Rack befindet.



**Abb. 3.4.4.:** Foto des Gütemessaufbaues im Pumpstandsraum mit dem Richtkoppler und dem Zirkulator für die Messung der Vor- und Rücklaufleistung über Schottky-Dioden. Die 1 W Verstärker sind nicht abgebildet.

### 3.5. Aktueller Stand der Technik

Weltweit existieren viele Beschleunigeranlagen, die auf supraleitende Beschleunigungsstrecken setzen. Das Material der Wahl für die supraleitenden Kavitäten ist üblicherweise Niob. Dieses lässt sich sehr gut über Tiefziehverfahren formen und anschließend über Elektronenstrahlschweißen verbinden, sodass auch komplexe Formen möglich sind. Der im Juni 2017 fertiggestellte European XFEL in Hamburg [55, 56] stellt einen Höhepunkt der erreichbaren Leistungen mit supraleitenden Kavitäten aus Niob dar. Insgesamt über 800 Kavitäten konnten bezüglich der Güte  $Q_0$  und des maximalen Beschleunigungsfeldes  $E_{\text{acc}}$  vermessen werden. Die neunzelligen 1,3 GHz-Kavitäten des XFEL erreichen  $E_{\text{acc}} = (27,7 \pm 7,2) \text{ MV/m}$  bei einer Güte von  $Q_0 > 1 \cdot 10^{10}$  [57]. Diese Werte stellen das praktische Maximum der erreichbaren Performance mit supraleitenden Kavitäten aus reinem Niob dar.

Bereits 2013 wurde am Fermilab, Batavia, USA, festgestellt, dass die Dotierung von Niob mit Stickstoff zu einer bis zu viermal höheren unbelasteten Güte führen kann [58]. Diese Technik wurde zur Reduzierung der Betriebskosten durch Einsparung von Heliumkälteleistung für das LCLS-II in Stanford, CA, USA, eingesetzt [59]. Um die Grenzen der Güte und des Beschleunigungsfeldes weiter auszureizen, müssen alternative Materialien für die Herstellung von supraleitenden Kavitäten untersucht werden. Wie bereits angedeutet, konzentriert sich die aktuelle Forschung auf Verbindungen und Legierungen von Niob. In Tab. 3.5.1 sind neben reinem Niob die charakteristischen Größen für Niob-3-Zinn ( $\text{Nb}_3\text{Sn}$ ) und für zwei Kristallstrukturen des Niobnitrides ( $\delta\text{-NbN}$ ,  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ ) aufgeführt. Bereits 1943 wurde die hohe Sprungtemperatur von Niobnitrid ( $\text{NbN}$ ) festgestellt [60]. Diese Eigenschaft zusammen mit den höheren kritischen Magnetfeldern macht Niobnitrid für die Anwendung als Supraleiter interessant. Die Eignung für supraleitende Hochfrequenzresonatoren wurde bereits in den späten 80er-Jahren von TU ET AL. untersucht [61, 62], jedoch ohne genauere Bestimmung der Kristallstruktur der erzeugten Nitride. Die Sprungtemperatur von 11,5 K der von TU ET AL. hergestellten  $\text{NbN}$ -Proben deutet, wie von den Autoren angemerkt, darauf hin, dass es sich nicht um reines  $\delta\text{-NbN}$  handelte und auch Verunreinigungen mit Sauerstoff möglich gewesen sind.

**Tab. 3.5.1.:** Eigenschaften verschiedener supraleitender, auf Niob basierender Stoffe, die mit einer Sprungtemperatur  $T_c > 4$  K für supraleitende Kavitäten geeignet sind. Die Werte für das superkritische Feld  $H_{sh}$  wurden über Gl. (3.1.5) berechnet bzw. liegen für  $\kappa \gg 1$  zwischen  $H_{c1}$  und  $H_c$  (vgl. Abb. 3.1.1).

Stoff	$T_c$ in K [63]	$\lambda_{\text{eff}}$ in nm	$\xi_0$ in nm	$\kappa$
Nb [50]	9,25	41	29	1,4
Nb <sub>3</sub> Sn [50]	18,5	135	3,3	41
$\gamma$ -Nb <sub>4</sub> N <sub>3</sub>	12,2			
$\delta$ -NbN	16,5	169–186 [64, 65]	4,2–6,5 [65, 66]	26–44
Stoff	$\Delta_0$ in meV	$\mu_0 H_{c1}$ in mT	$\mu_0 H_c$ in mT	$\mu_0 H_{sh}$ in mT
Nb [50]	1,4	170	200	240
Nb <sub>3</sub> Sn [50]	3,4	38	520	440
$\gamma$ -Nb <sub>4</sub> N <sub>3</sub>				
$\delta$ -NbN	2,6 [64]	200–1000 [67]	> 200	> 200



## 4. Struktur kristalliner Festkörper

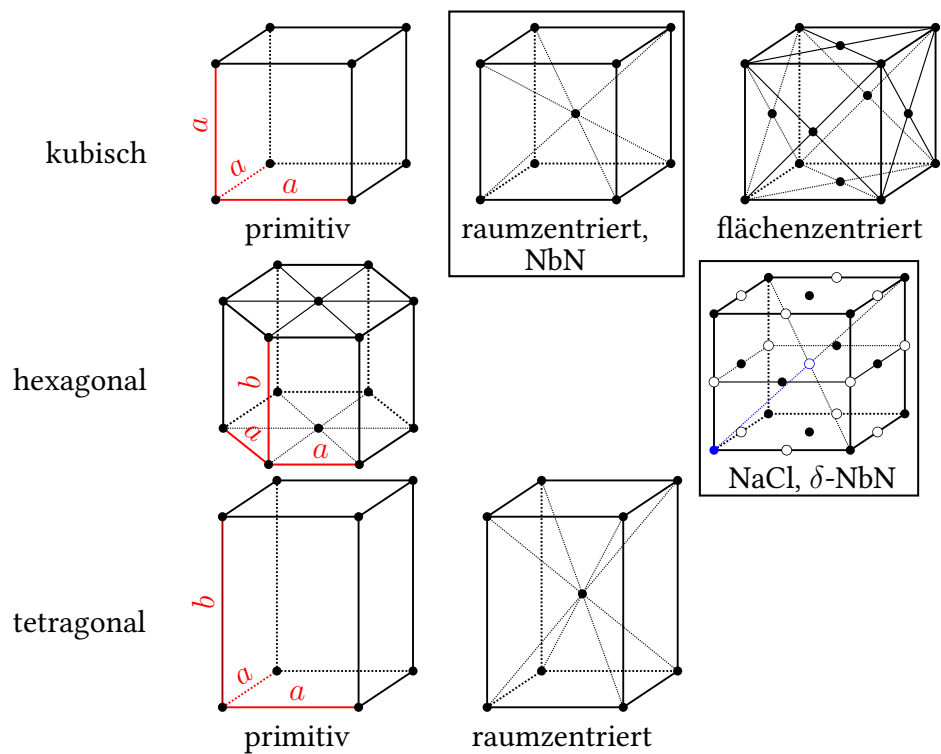
Die Beurteilung der durch die Hochtemperaturbehandlungen im UHV Ofen erzeugten Niobnitrid-Proben erfordert grundlegendes Verständnis der Struktur kristalliner Festkörper. In diesem Kapitel wird ein kurzer Überblick über die Festkörperphysik gegeben, mit Vorstellung der für diese Arbeit wichtigen Kristallstrukturen. Auf dieser Grundlagen werden die verschiedenen Methoden zur Beurteilung der Kristallstruktur vorgestellt, wie die Röntgendiffraktometrie und die Sekundärionenspektroskopie.

Die Festkörperphysik befasst sich mit Materie im festen Aggregatzustand, die aus einer großen Anzahl Atomen ( $\propto 10^{23}$ ), aber wenigen Atomsorten besteht. Die Anordnung der Atome in einem festen Körper wird unterschieden in amorph und kristallin. Im Gegensatz zum amorphen Festkörper weist ein kristalliner Festkörper eine räumliche Periodizität über mehrere Atomabstände hinaus auf. Ein aus vielen Kristalliten zusammengesetzter Festkörper wird als polykristallin bezeichnet, besteht der Körper nur aus einem zusammenhängenden Kristall handelt es sich um einen Einkristall. Die folgenden Abschnitte werden sich auf einkristalline Systeme beschränken, da dies die Beschreibungen vereinfacht.

### 4.1. Kristallgitter, Ebenen und Richtungen

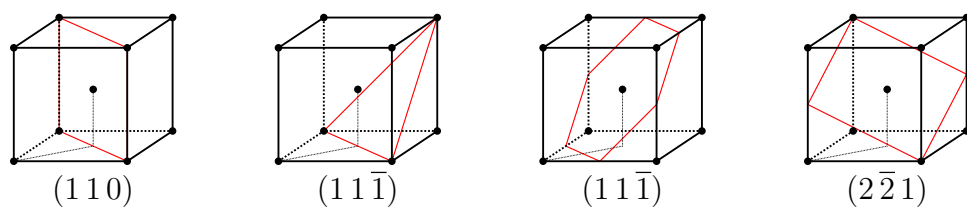
Für die Beschreibung der räumlichen Periodizität eines Kristalles werden die 14 verschiedenen Bravais-Gitter herangezogen. Die Positionen der Atome im Kristall werden durch die Koordinaten entlang der Achsen des Gitters beschrieben. Die Achsen werden über die Basisvektoren  $\mathbf{a}_1$ ,  $\mathbf{a}_2$  und  $\mathbf{a}_3$  definiert, die unter den Winkeln  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  zueinander ausgerichtet sind. Die Längen dieser Basisvektoren werden als *Gitterkonstanten*  $a$ ,  $b$ ,  $c$  bezeichnet. Die Atome des Kristalls werden einzeln oder in Gruppen in das Gitter platziert, d.h. als einatomige oder mehratomige Basis. Die einfachste Art der Anordnung der Atome eines Kristalles ist gegeben, wenn eine einatomigen Basis die Gitterpunkte des Gitters besetzt. Für diese Arbeit relevant sind die Gitter des kubischen, des tetragonalen und des hexagonalen Systems, die in Abb. 4.1.1 räumlich dargestellt sind. Reines Niob bildet einen kubisch raumzentrierten Kristall mit einer einatomigen Basis auf dem Gitterpunkt  $(0,0,0)$ . Eine weitere für diese Arbeit wichtige Struktur ist die Natriumchloridstruktur mit einer zweiatomigen Basis in einem kubisch flächenzentrierten Raumgitter. Wie in Abb. 4.1.1 gezeigt, sitzt das zweite Atom der Basis auf der halben Länge der Raumdiagonalen, also am Ort  $(1/2, 1/2, 1/2)$ . Neben NaCl selbst besitzt auch die  $\delta$ -Phase des Niobnitrides die Natriumchloridstruktur.





**Abb. 4.1.1.:** Räumliche Darstellung der für diese Arbeit relevanten Bravais Gitter. Außerdem ist die Natriumchloridstruktur mit zweiatomiger Basis in blau dargestellt.

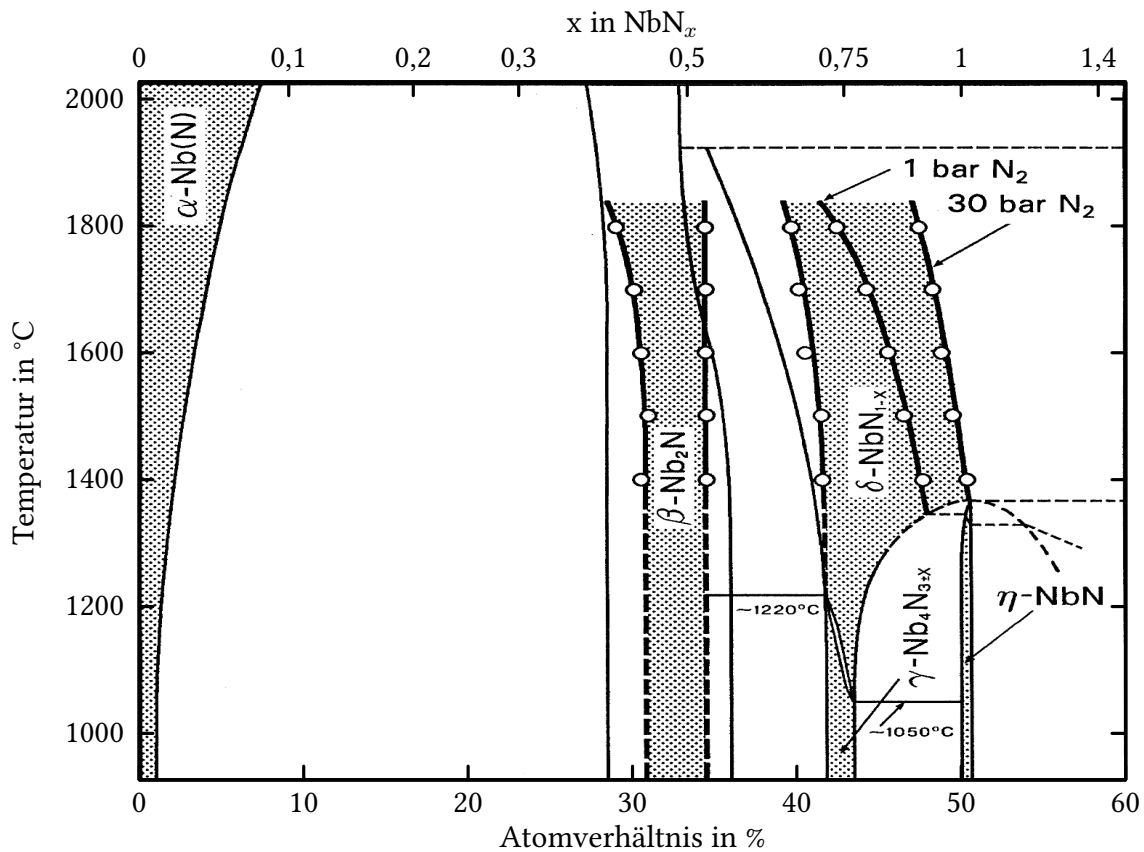
Die mit Gitterpunkten besetzten Ebenen sind von besonderer Bedeutung und werden als Netzebenen bezeichnet. Die Lage der Netzebenen im Gitter wird durch die Millerschen Indices  $(h\ k\ l)$  beschrieben. Die Millerschen Indices werden festgelegt durch die Kehrwerte der Schnittpunkte der Netzebene mit den Kristallachsen, die anschließend mit einem gemeinsamen, ganzzahligen Faktor so multipliziert werden, dass die Indices die kleinsten ganzzahligen Zahlen sind. Negative Millerindices werden durch einen Strich über dem Index gekennzeichnet. In Abb. 4.1.2 sind Beispiele für Millersche Indices für verschiedene Netzebenen eines kubisch raumzentrierten Kristallsystemes dargestellt.



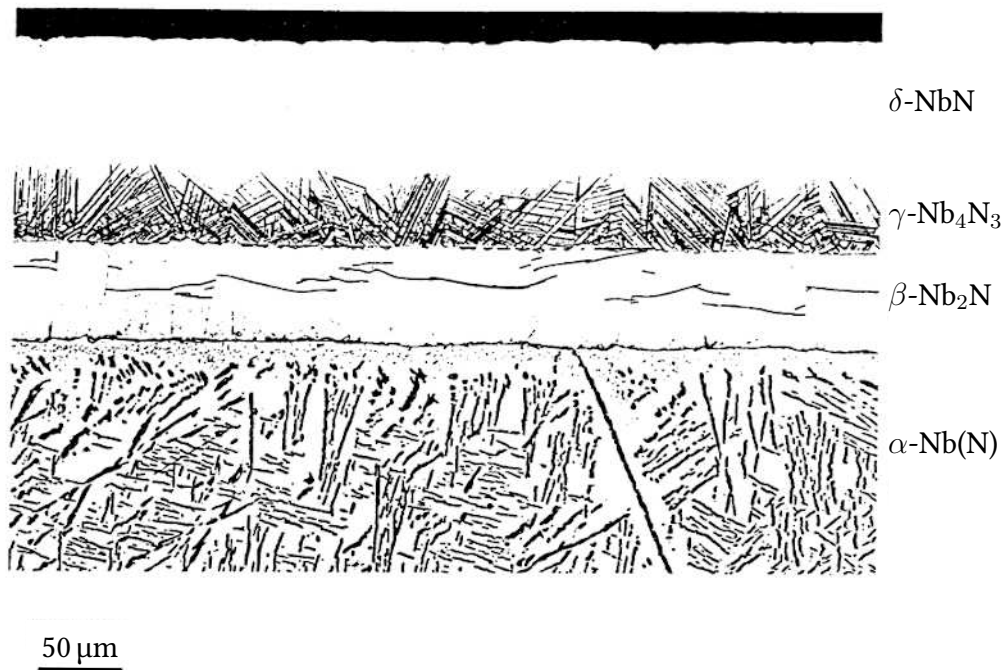
**Abb. 4.1.2.:** Beispiele für Millersche Indices einiger Netzebenen in einem kubisch raumzentrierten Kristallsystem.

## 4.2. Kristallstruktur des Niob-Stickstoff Binärsystems

Binärsysteme wie das Niob-Stickstoff Binärsystem kristallisieren auf verschiedene Arten aus. Das entstehende Gitter hängt im Gleichgewicht im wesentlichen von der Temperatur und der Zusammensetzung des Gemisches ab. Eine Besonderheit des Niob-Stickstoff Binärsystems ist, dass der Stickstoff immer als gasförmige Phase auftritt. Dies führt dazu, dass die Kristallstruktur des Nb-N Binärsystems im Gleichgewicht neben der Temperatur und der Konzentration auch vom Druck des Stickstoffes abhängt. Das Phasendiagramm, das die Stickstoffkonzentration  $c$  und die Temperatur  $T$  des Niob-Stickstoff Binärsystems zeigt, ist in Abb. 4.2.1 dargestellt. Die in den Phasendiagrammen durch griechische Buchstaben gekennzeichneten, im Gleichgewichtszustand stabilen Phasen entsprechen verschiedenen Kristallstrukturen. Die Kristallstrukturen, die einigen Phasen des Niob-Stickstoff Binärsystems entsprechen, sind in Tab. 4.2.1 aufgelistet. Von besonderem Interesse als Anwendung für supraleitende Hochfrequenzresonatoren sind dabei diejenigen Phasen, die höhere Sprungtemperaturen aufweisen. Bei diesen handelt es sich um die tetragonale  $\gamma$ -Phase ( $T_c = 12,2$  K) und die kubische  $\delta$ -Phase ( $T_c = 16,5$  K). Bei einer ausgedehnten Probe entstehen verschiedene Phasen abhängig von der Tiefe in der Probe, da die Stickstoffkonzentration außen zunächst am größten ist. Entsteht an der Oberfläche die  $\delta$ -NbN-Phase, dann ist darunter die  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N-Phase gefolgt von  $\alpha$ -Nb(N) und letztendlich reinem Niob, wie in Abb. 4.2.2 dargestellt. Bei Betrachtung des Phasendiagrammes (Abb. 4.2.1) fällt auf, dass die  $\delta$ -Phase des Niobnitrides nur bei Temperaturen oberhalb von ca. 1300 °C stabil ist. Durch einen zu langsamen Abkühlprozess durchläuft die Temperatur den Bereich, in dem die  $\gamma$ -Phase im Gleichgewichtszustand stabil ist.

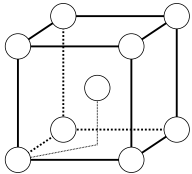
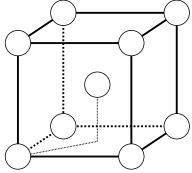
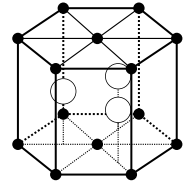
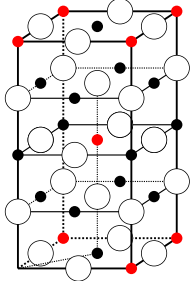
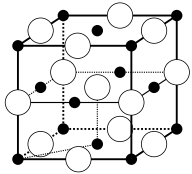


**Abb. 4.2.1.:** Zustandsdiagramm des Niob-Stickstoff Binärsystems. Dargestellt sind die bei entsprechender Temperatur  $T$  und Atomverhältnis ( $c = x/(1+x)$  mit  $x$  in  $\text{NbN}_x$ ) stabilen Phasen. Die für die Anwendung an supraleitenden Beschleunigeranlagen interessanten Phasen liegen bei Stickstoffkonzentrationen über 40 %. Aus [68].



**Abb. 4.2.2.:** Abhängigkeit der Kristallstruktur von der Tiefe, d.h. Stickstoffkonzentration im Niob. Von Oben (Stickstoffatmosphäre) nach unten nimmt die Stickstoffkonzentration ab. Je nach Konzentration sind verschiedene Phasen im Gleichgewicht stabil (s. Abb. 4.2.1). Aus [68].

**Tab. 4.2.1.:** Einige Phasen und Kristallstrukturen von Niobnitrid. Weiße Kugeln stellen Niob dar, ausgefüllte Punkte Stickstoff. Bei einigen Phasen ist die ID der *Crystallography Open Database* für die Struktur angegeben, die im weiteren Verlauf der Arbeit verwendet wird [69–74].

Phase	$T_c$	Kristallsystem	Gitterkonstanten	Darstellung
Niob	9,25 K	kubisch raumzentriert	$a_0 = 330,4 \text{ pm}$ [75]	
$\alpha\text{-Nb(N)}$	9,25 K	kubisch raumzentriert, Stickstoff auf Zwischengitterplätzen	$a_0 = 330,4 \text{ pm}$ [75]	
$\beta\text{-Nb}_2\text{N}$	1,2 K	hexagonal COD-ID: 1 010 510	$a_0 = 305,6 \text{ pm}$ $c_0 = 499,6 \text{ pm}$ [76]	
$\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$	12,2 K	tetragonal raumzentriert, rote Stickstoffplätze sind statistisch zu 60,2 % besetzt COD-ID: 1 540 242	$a_0 = 437,7 \text{ pm}$ $c_0 = 871,9 \text{ pm}$ [77]	
$\delta\text{-NbN}$	16,5 K	kubisch flächenzentriert COD-ID: 1 537 803	$a_0 = 439,5 \text{ pm}$ [76]	

### 4.3. Methoden zur Beurteilung der Kristallstruktur

Die verschiedenen Methoden, die zur Untersuchung und Klassifizierung der hergestellten Niob-Stickstoff Proben eingesetzt wurden, werden in diesem Abschnitt erläutert. Für die Untersuchung von Kristallstrukturen wird Neutronen-, Elektronen- oder Röntgenstrahlung eingesetzt. Die Wellenlänge der eingesetzten Strahlungsart muss dabei den typischen Gitterabständen einiger Ångstrom in Kristallstrukturen entsprechen. Für Teilchenstrahlen ergibt sich die Wellenlänge  $\lambda$  über die DE-BROGLIE Gleichung

$$\lambda = h/p \quad (4.3.1)$$

aus dem Impuls  $p$  der Teilchenstrahlen und dem Plankschen Wirkungsquantum  $h$ . Für die Untersuchung der Kristallstruktur der vorliegenden Proben bietet sich die Verwendung von Röntgenstrahlung an, da diese gegenüber Neutronen- oder Elektronenstrahlung kostengünstiger und einfacher in der Anwendung ist.

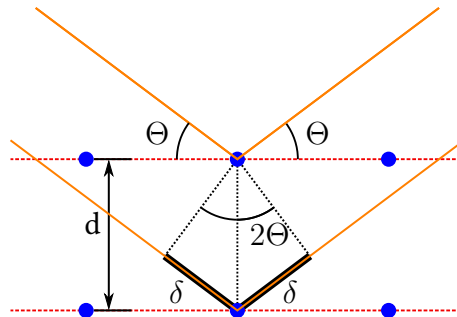
Für eine Analyse von Fremdelementen im Niob wurde die Sekundärionenspektroskopie (SIMS, Secondary Ion Mass Spectroscopy) angewendet. Diese erlaubt eine qualitative Aussage über die Veränderung verschiedener Elementanteile über ein Tiefenprofil zwischen unbehandelten und ausgeheizten Niobproben.

#### 4.3.1. Röntgendiffraktometrie

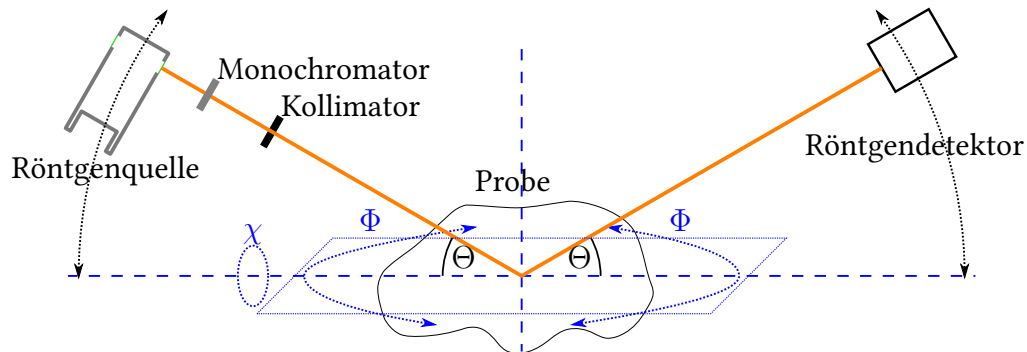
Bei der Röntgenkleinwinkelbeugung wird monochromatische Röntgenstrahlung an den Steuertzentren des Kristallgitters gebeugt. Die Beugung führt zu den aus der Optik bekannten Beugungsbildern durch konstruktive und destruktive Interferenz, sofern die Wellenlänge  $\lambda$  der Röntgenstrahlung ähnlich zu den atomaren Abständen des Kristallgitters ist. Konstruktive Interferenz tritt bei einer solchen Anordnung genau dann unter einem Winkel  $\Theta$  zu den Netzebenen des Kristalls auf, wie in Abb. 4.3.1 gezeigt, wenn für den Winkel  $\Theta$  die Bragg-Bedingung

$$2d \sin \Theta = n \cdot \lambda \quad (4.3.2)$$

erfüllt ist. Dies lässt sich mit verschiedenen Methoden ausnutzen, als Beispiel sei die Drehkristallmethode genannt. Eine schematische Darstellung eines Aufbaues der Drehkristallmethode ist in Abb. 4.3.2 gegeben. Bei diesem Verfahren wird der Winkel zwischen auftreffender Röntgenstrahlung und Probe sowie der Winkel zwischen Probe und Röntgendetektor auf einen gemeinsamen Winkel  $\Theta$  eingestellt. Diejenigen Kristallite der Probe, die die richtige Orientierung zur Anordnung haben, tragen zu den Beugungsreflexen bei. Nur für diese Kristallite ist die Bragg-Bedingung (4.3.2) erfüllt.



**Abb. 4.3.1.:** Zur Herleitung der Bragg-Bedingung. Die unter einem Winkel  $\Theta$  parallel auf die Netzebenen (rot) des Festkörpers einfallende Röntgenstrahlung (orange) wird an den Streuzentren des Kristalls (blau) gestreut. Ist der Weglängenunterschied  $2 \cdot \delta$  ein vielfaches der Wellenlänge  $\lambda$  der Röntgenstrahlung, so tritt konstruktive Interferenz auf. Der Weglängenunterschied  $\delta$  hängt vom Abstand  $d$  der Netzebenen ab. Eine Analyse der Intensität in Abhängigkeit des Winkels  $\Theta$  liefert somit genaue Einblicke in die der Probe zugrundeliegende Kristallstruktur.



**Abb. 4.3.2.:** Schematische Darstellung der Anordnung für die Drehkristallmethode. Röntgenquelle und Röntgendetektor sind auf konzentrischen Kreisen (schwarz) um die Probe positionierbar, um die Messung unter verschiedenen Winkeln  $\Theta$  zu ermöglichen. In blau sind zusätzlich die Winkel  $\phi$  und  $\chi$  für die Positionierung der Probe eingetragen.

Die Positionen der Streureflexe lassen sich für verschiedene Kristallstrukturen näherungsweise aus der Bragg-Bedingung (4.3.2) berechnen. Neben der Wellenlänge  $\lambda$  der Röntgenquelle wird der Netzebenenabstand  $d$  benötigt, der sich für kubische Phasen mit Gitterkonstante  $a_0$  über

$$d = a_0 \cdot (h^2 + k^2 + l^2)^{-1/2}$$

und für tetragonale Phasen mit Gitterkonstanten  $a_0$  und  $c_0$  über

$$d = a_0 \cdot \left( h^2 + k^2 + \frac{a_0^2}{c_0^2} l^2 \right)^{-1/2}$$

mit den Millerschen Indices  $h$ ,  $k$  und  $l$  ergibt. Die relative Intensität dieser Beugungsreflexe zueinander wird durch den Strukturfaktor bestimmt:

$$F_{hkl} = \sum_i f_i \exp(2\pi i n(u_{i,1}h + u_{i,2}k + u_{i,3}l)), \quad (4.3.3)$$

mit dem Atomformfaktor  $f_i$  des  $i$ -ten Atoms, der Position des  $i$ -ten Atoms in der Elementarzelle  $\mathbf{u}_i$  und der Ordnung  $n$  des Beugungsmaximums. Die Atomformfaktoren oder Streuamplituden  $f_i$  werden mit zunehmendem Streuwinkel  $\Theta$  deutlich kleiner. Auch ohne Kenntnis der Atomformfaktoren  $f_i$  lässt sich eine qualitative Aussage über die Intensitäten der Beugungsreflexe aus Gl. (4.3.3) treffen. Für einen kubisch raumzentrierten Kristall mit nur einer Atomsorte, wie z.B. reines Niob, ist der Strukturfaktor

$$F_{hkl} = \begin{cases} 2f, & h + k + l \text{ gerade} \\ 0, & h + k + l \text{ ungerade.} \end{cases}$$

Beispielsweise werden diejenigen Beugungsmaxima, die der Netzebenencharakter (100) zuzuordnen sind, durch den Strukturfaktor unterdrückt. Für einen kubisch flächenzentrierten Kristall mit zweiatomiger Basis wie  $\delta$ -NbN ist der Strukturfaktor

$$F_{hkl} = \begin{cases} 0, & h, k, l \text{ beliebig} \\ 4f_1 - 4f_2 & h, k, l \text{ ungerade} \\ 4f_1 + 4f_2 & h, k, l \text{ gerade.} \end{cases}$$

Durch den Strukturfaktor werden also bestimmte Netzebenencharaktere unterdrückt und es gibt keine oder deutlich abgeschwächte Maxima unter den entsprechenden Beugungswinkeln. Die Gitterkonstanten und zu erwartenden Winkel einiger Beugungsreflexe für reines Niob,  $\delta$ -NbN und  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub> sind in Tab. 4.3.1 zusammengefasst. In Abb. 4.3.3 ist ein errechneter Intensitätsverlauf der kubischen  $\delta$ -Phase des Niobnitrides gezeigt. An den analytisch ermittelten Winkeln aus Tab. 4.3.1 sind hier Intensitätsmaxima zu erkennen. An den abnehmenden Intensitäten mit zunehmendem Streuwinkel ist die Streuwinkelabhängigkeit der Atomformfaktoren  $f_i$  ersichtlich.

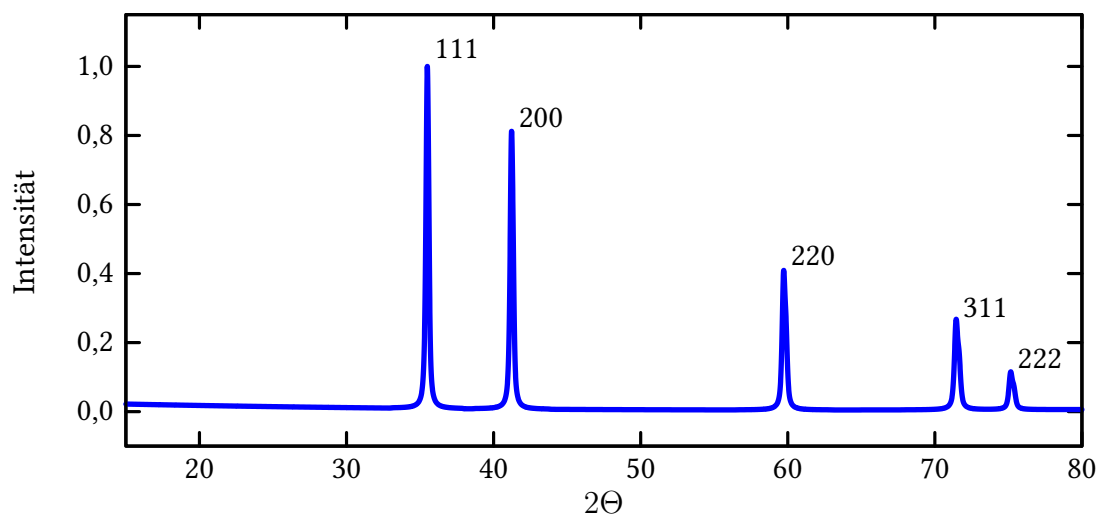
**Tab. 4.3.1.:** Netzebenenabstände  $d$  und Winkel  $\Theta$  für reines Niob [78],  $\delta$ -Niobnitrid [79] und  $\gamma$ -Niobnitrid [77] einiger Streureflexe.

Nb $a_0 = 330 \text{ pm}$			$\delta$ -NbN $a_0 = 438 \text{ pm}$			$\gamma$ -Nb <sub>4</sub> N <sub>3</sub> $a_0 = 439 \text{ pm}, c_0 = 866 \text{ pm}$		
$hkl$	$d$ in pm	$2\Theta$	$hkl$	$d$ in pm	$2\Theta$	$hkl$	$d$ in pm	$2\Theta$
110	234	38,6°	111	253	35,6°	112	252	35,7°
200	165	55,7°	200	219	41,3°	200	219	41,2°
211	134	69,9°	220	155	59,9°	004	217	41,8°
220	117	82,8°	311	132	71,6°	220	155	59,7°
310	104	95,3°	222	126	75,4°	204	154	60,1°

### Eindringtiefe bei Röntgenbeugungsmessungen

Die Energie der für die Messungen in dieser Arbeit verwendeten Röntgenstrahlung beträgt 8,04 keV bei einer Wellenlänge von  $\lambda = 408 \text{ pm}$ . Aus dem Massenabschwächungskoeffizient von Niob von  $\mu/\rho = 146 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  [81] und der Dichte von Niob  $\rho = 8,57 \text{ g cm}^{-3}$  ergibt sich eine Eindringtiefe der Röntgenstrahlung von ca.  $8 \mu\text{m}$  in Niob. Bei Niobnitrid (NbN) mit einer Dichte von  $8,47 \text{ g cm}^{-3}$  und einem Massenabschwächungskoeffizienten von  $127 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  [81] ist die Eindringtiefe mit  $9 \mu\text{m}$  etwas höher. Die kleinsten auftretenden Winkel in Tab. 4.3.1 betragen ca.  $\Theta = 17^\circ$ . Unter diesem Winkel auf die Proben fallende Röntgenstrahlung dringt  $2,7 \mu\text{m}$  in die Oberfläche der Proben ein. Verglichen mit der London'schen Eindringtiefe von einigen  $100 \text{ nm}$  (s. Tab. 3.5.1) ist die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung groß.

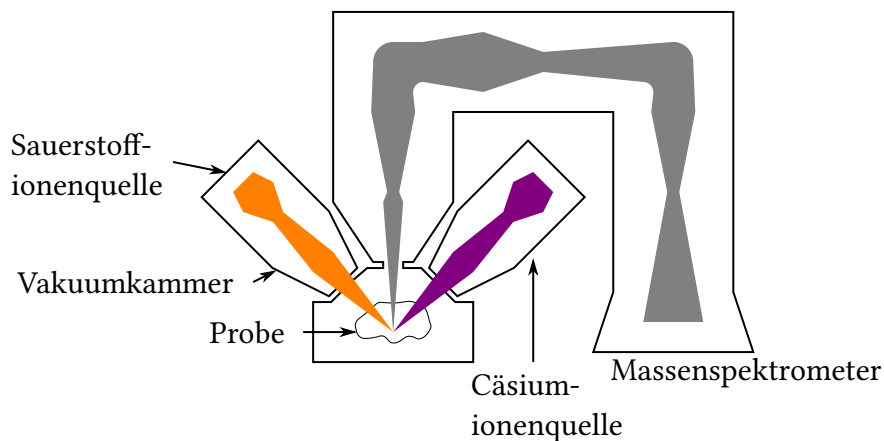




**Abb. 4.3.3.:** Typischer Verlauf der Intensität bei einer Röntgenbeugungsmessung über dem Winkel  $2\theta$  für eine kubische Phase des Niobnitrides. Es treten Intensitätsmaxima bei denjenigen Netzebenen auf, bei denen die Bragg-Bedingung für den Netzebenenabstand  $d$  und den Winkel  $\theta$  erfüllt ist. Die Intensitätsmaxima aus Tab. 4.3.1 sind gekennzeichnet. Berechnet mit [80].

### 4.3.2. Sekundärionenspektroskopie

Die Sekundärionenspektrometrie (SIMS) gibt Aufschluss über die Zusammensetzung der Fremdbestandteile einer Probe [82]. In Abb. 4.3.4 ist der Aufbau einer Apparatur für SIMS gezeigt. Ein Primärionenstrahl, häufig Sauerstoff oder Cäsium Ionen, wird auf einige keV beschleunigt. Die Primärionen treffen auf die Probe und lösen Sekundärionen aus der Oberfläche. Die Sekundärionen verlassen die Probe in alle Raumrichtungen. Ein Teil der Sekundärionen verlässt die Probenkammer über ein Massenspektrometer. Über die Zählrate für einzelne Massen lässt sich daraus die Zusammensetzung der Probe zu jedem Zeitpunkt feststellen. Wird der Primärstrahl für eine ausreichende Zeit auf einer Stelle gehalten, lässt sich ein Tiefenprofil der Elementzusammensetzung erstellen. Eine Quantitative Aussage über die Zusammensetzung kann erst nach einer Kalibration mit einer Probe bekannter Zusammensetzung getroffen werden.



**Abb. 4.3.4.:** Schematische Darstellung des Aufbaues einer Sekundärionen-Massenspektrometrie. Typischerweise verfügt ein SIMS über verschiedene Ionenquellen, die je nach Probenzusammensetzung gewählt werden. Die Primärionen, in der Darstellung Sauerstoff- oder Cäsiumionen, werden auf die Probe beschleunigt. Hier lösen sie ionisierte Teilchen aus der Oberfläche (Sekundärionen), deren Masse über eine spezielle Strahlführung (grau) gemessen werden kann. Ein Tiefenprofil der Fremdbestandteile einer Probe wird erzeugt.



## 5. Umarbeitung und Ergänzung der technischen Ausstattung

Für die Durchführung der Ausheizprozesse unter Stickstoffatmosphäre und der Gütemessungen an einzelligen Kavitäten aus Niob mussten der UHV Ofen und der vertikale Badkryostat des Institut für Kernphysik einigen Umbaumaßnahmen unterzogen werden. Der Ofen wurde hinsichtlich der Temperaturmessung optimiert und es wurde eine Möglichkeit zum Einlassen einer kontrollierten Stickstoffatmosphäre geschaffen. Für den vertikalen Badkryostat wurde ein neuer Einsatz für die ein-, fünf-, sechs- und 20-zellige elliptische 3-GHz-Kavitäten des S-DALINAC entwickelt und erfolgreich für Präzisionsmessungen verwendet. Die einzelligen Kavitäten mussten entworfen und die hergestellten Kavitäten geprüft werden.

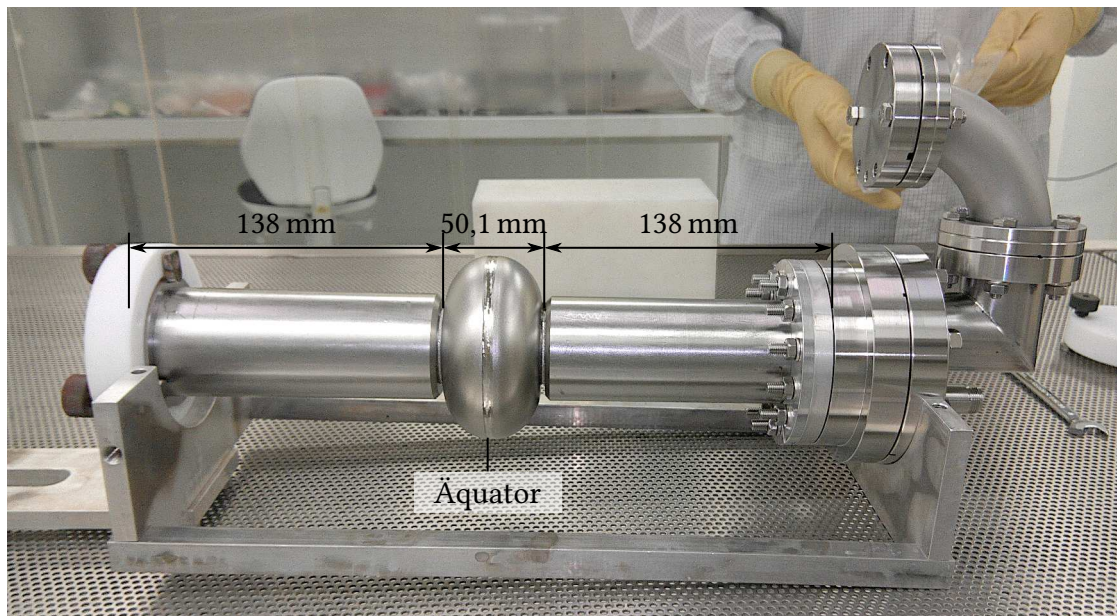
Die folgenden Abschnitte geben einen Überblick über diese Maßnahmen.

### 5.1. Einzellige 3 GHz Kavitäten

Um die Eignung der erzeugten Niobnitride für die Herstellung und den Betrieb supraleitender Kavitäten zu beurteilen, wurden zwei einzellige Kavitäten angeschafft (s. Abb. 5.1.1). Im folgenden Abschnitt werden zunächst die Anforderungen an den Hersteller vorgestellt, sowie auf die einzelnen Herstellungsschritte eingegangen. Im anschließenden Abschnitt wird auf die Simulation des Einzellers mit CST Microwave Studio eingegangen, aus der wichtige Kenngrößen der Kavitäten für weitere Rechnungen und Messungen bestimmt werden.

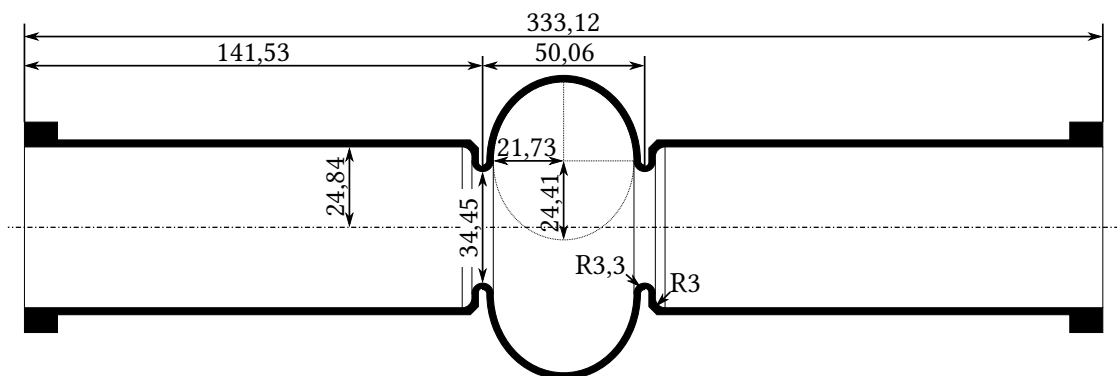
#### 5.1.1. Anforderungen und Herstellung der Einzeller

Die einzelligen Kavitäten sollten die gleiche Betriebsfrequenz von  $f = 2,997$  GHz wie die Kavitäten des S-DALINAC aufweisen. Um die Kosten zu reduzieren und die Herstellung zu vereinfachen, wurde als Tiefziehform der Zelle der Einzeller die Endzelle der jüngsten 20-zelligen Kavitäten des S-DALINAC gewählt [83]. Weitere Vereinfachungen betreffen die Cut-Off Rohre der Kavitäten. Die Kavitäten werden nicht für die Beschleunigung von Elektronen im S-DALINAC eingesetzt werden, daher gibt es am Cut-Off Rohr keine Angriffspunkte für einen Frequenzuningrahmen. In Abb. 5.1.2 ist ein Schnitt durch den Einzeller gezeigt, an dem die wichtigsten Maße ablesbar sind. Nach dem Tiefziehen der Halbzellen aus Niobblechen wurden diese mit Elektronenstrahlschweißen zu ganzen Zellen zusammengefügt und mit den Strahlrohrstücken



**Abb. 5.1.1.:** Einzellige 3 GHz Kavität im Reinraum mit montiertem Auskoppler für Tests im vertikalen Badkryostaten.

versehen. Diesen mechanischen Bearbeitungen folgten die in Tab. 5.1.1 aufgeführten Schritte, um die Oberflächen der Kavitäten chemisch zu polieren und zu reinigen.



**Abb. 5.1.2.:** Schnitt durch die einzellige Kavität. Maße in mm.

**Tab. 5.1.1.:** Die einzelnen Schritte nach der mechanischen Herstellung der einzelligen Kavitäten, um diese auf den Hochfrequenz Betrieb vorzubereiten.

Bezeichnung	Effekt
BCP, buffered chemical polishing	Abtrag 150 µm
Leitwertspülen	Reinigung nach BCP
HPR, high pressure rinsing, Hochdruckspülung keine weitere BCP oder EP (electropolishing)	12 h Reinigung der Innenoberflächen

### 5.1.2. Simulation der Einzeller

Es wurden elektromagnetische Feldsimulationen in CST Microwave Studio (CST MWS) [84] mit den in Tab. A.0.1 gegebenen Einstellungen durchgeführt. Die Einstellungen des Meshes sind so gewählt, dass eine weitere Verfeinerung die Simulationsergebnisse nicht ändert. Die Simulationen sind notwendig, um die Beschleunigungsfeldstärke  $E_{\text{acc}}$ , s. Gl. (3.3.1), und die maximalen Oberflächenfelder, s. Gl. (3.3.2), bei Testmessungen in vertikalen Badkryostaten aus den Leistungsmessungen zu bestimmen. Zweidimensionale vektorielle Darstellungen der simulierten elektromagnetischen Felder sind für das elektrische Feld in Abb. 5.1.3 und für das magnetische Feld in Abb. 5.1.4 und Abb. 5.1.5 gezeigt. Die Darstellungen des magnetischen Feldes zeigen die transversal magnetische Mode  $\text{TM}_{010}$ , mit der die Felder in der Kavität schwingen: keine Nulldurchgänge der Feldamplitude azimuthal und axial zu  $z$ , ein Nulldurchgang radial zu  $z$ . Die Ergebnisse der Simulation, die für die weiteren Auswertungen dieser Arbeit relevant sind, sind in Tab. 5.1.2 zusammengefasst.

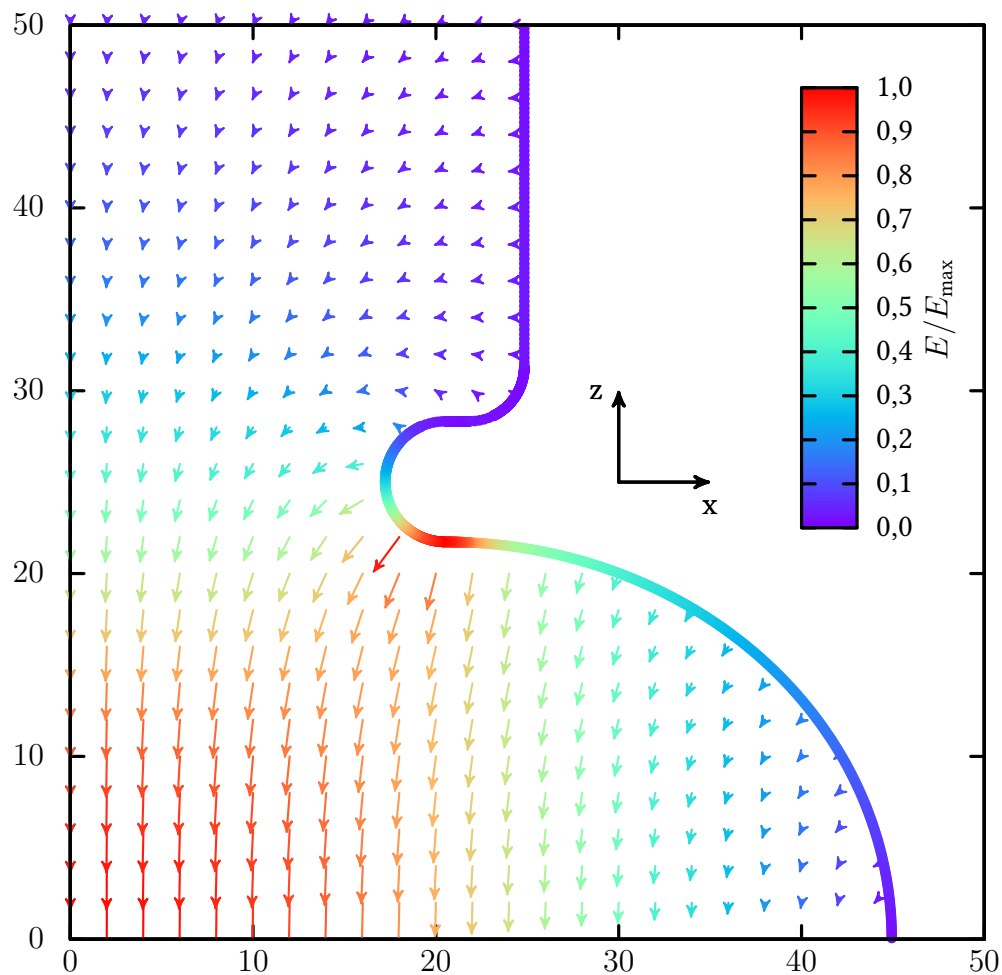
Die Leitfähigkeit  $\sigma$  wurde so gewählt, dass sich eine unbelastete Güte von  $3 \cdot 10^9$  ergibt. Auf die Parameter, die für die Auswertung der Gütemessung erforderlich sind, hat die Wahl der Leitfähigkeit keinen Einfluss. Für die Berechnungen der Beschleunigungsspannung  $U_{\text{acc}}$  und -feldstärke  $E_{\text{acc}}$  muss die Teilchengeschwindigkeit  $\beta = v/c = 1$  berücksichtigt werden. Diese Werte erlauben einen Vergleich der Performanz mit den am S-DALINAC eingesetzten 20-zelligen Kavitäten, für die näherungsweise eine Teilchengeschwindigkeit von  $\beta = 1$  gilt. CST MWS normiert die elektromagnetischen Felder in der Kavität auf eine innere Energie von  $U = 1 \text{ J}$ . Das tatsächliche elektromagnetische Feld in der Kavität lässt sich dann entsprechend der tatsächlichen inneren Energie

$$U = \frac{Q_0 P_0}{\omega_0},$$

mit den aus der Gütemessung bestimmten Größen  $Q_0$ ,  $P_0$  und  $\omega_0$ , skalieren. Um diesen Prozess zu vereinfachen, werden in Tab. 5.1.2 Proportionalitätsfaktoren für die maximalen Oberflächenfelder gemäß

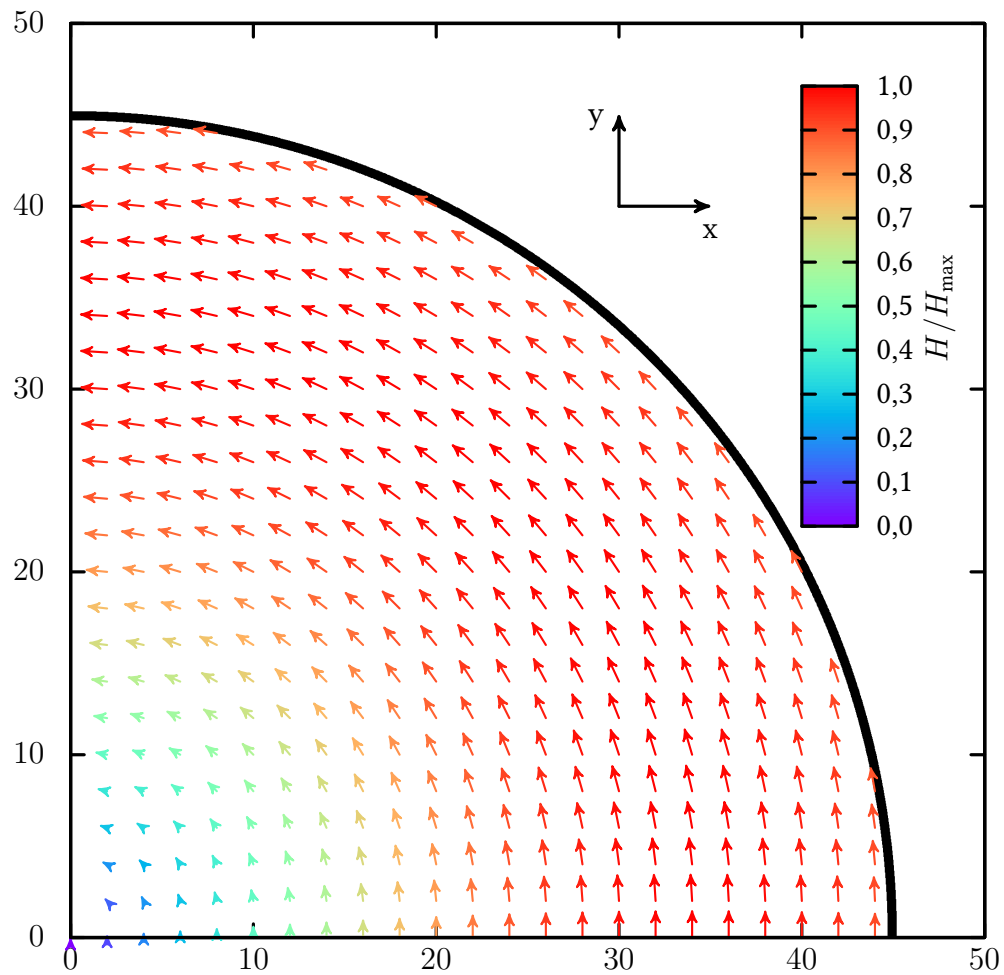
$$\begin{aligned} E_{\text{peak}} &= \kappa_E \cdot E_{\text{acc}} \\ H_{\text{peak}} &= \kappa_H \cdot E_{\text{acc}} \end{aligned}$$

eingeführt, mit denen sich die Beschleunigungsfeldstärke leicht umrechnen lässt.

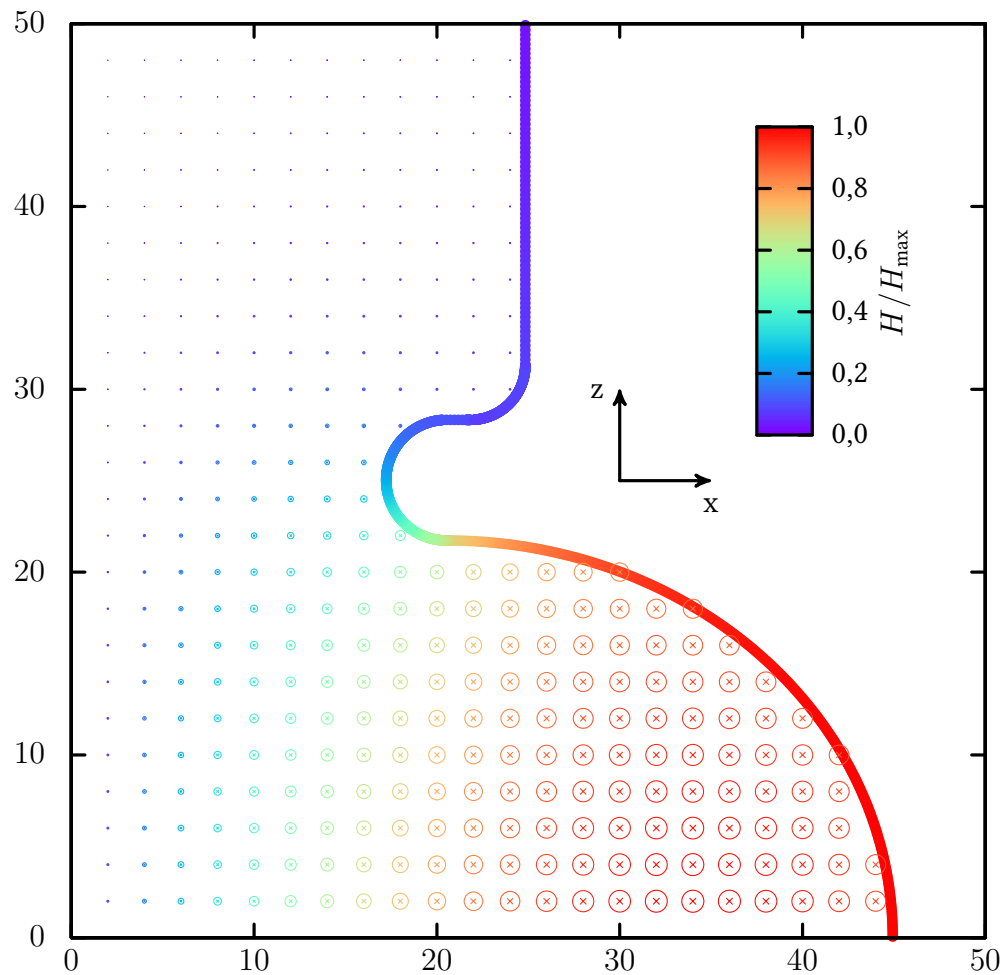


**Abb. 5.1.3.:** Längsschnitt durch eine einzellige Kavität mit vektorieller Darstellung des elektrischen Feldes. Aufgrund der Periodizität und Symmetrie des elektrischen Feldes ist nur ein Viertel des Schnittes dargestellt. Die Beschleunigung von Elektronen würde mit der z-Achse bei  $x = 0$  erfolgen. Die Außenwand der Kavität ist entsprechend der Feldstärke an der Oberfläche eingefärbt. Der Ort an der Oberfläche der Kavität mit dem höchsten Elektrischen Feld  $E_{\text{peak}}$  an der Iris ist rot.





**Abb. 5.1.4.:** Querschnitt durch eine einzellige Kavität mit vektorieller Darstellung des magnetischen Feldes. Aufgrund der Periodizität und Symmetrie des magnetischen Feldes ist nur ein Viertel des Schnittes dargestellt. In dieser Darstellung würden Elektronen aus der Blattebene bei  $x = y = 0$  beschleunigt. Aufgrund der Rotationssymmetrie des magnetischen Feldes ist das maximale Oberflächenfeld  $H_{\text{peak}}$  entlang des gesamten Äquators zu finden.



**Abb. 5.1.5.:** Längsschnitt durch eine einzellige Kavität mit vektorieller Darstellung des magnetischen Feldes. Durch die Geometrie der Zelle wird das höchste, in die Oberfläche eindringende Magnetfeld nicht auf den Äquator der Kavität konzentriert. Der Wärmeeintrag in die Wände der Kavität wird auf eine größere Oberfläche verteilt.

**Tab. 5.1.2.:** Simulationsergebnisse der simulierten einzelligen Kavität, die sich aus den vorgegebenen Parametern ergeben. Einige Parameter sind nicht direkt in CST verfügbar, lassen sich jedoch leicht über die in Kap. 3 gegebenen Formeln berechnen. Die Leitfähigkeit wurde so gewählt, dass die Güte  $Q_0 \approx 3 \cdot 10^9$  beträgt.

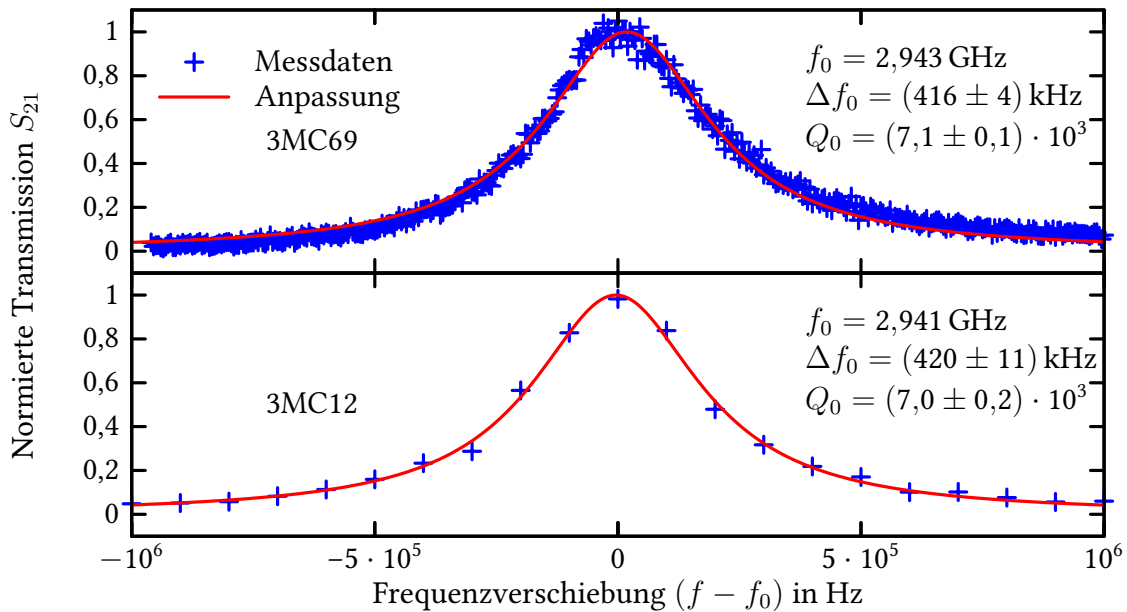
Bezeichnung	Größe	Wert
Vorgegebene Parameter		
Leitfähigkeit	$\sigma$	$1,30 \cdot 10^{18} \text{ S m}^{-1}$
Teilchengeschwindigkeit	$\beta$	1
Zellenlänge (Iris zu Iris)	$l$	50,10 mm
Simulationsergebnisse TM <sub>010</sub> -Mode		
Gespeicherte Energie	$U$	1,00 J
Frequenz	$f$	2,97 GHz
Oberflächenwiderstand	$R_s$	47,88 nΩ
Unbelastete Güte	$Q_0$	$3,03 \cdot 10^9$
Geometrische Shuntimpedanz	$R/Q$	97,18 Ω
Beschleunigungsspannung	$U_{\text{acc}}$	2,85 MV
Oberflächenmagnetfeld	$H_{\text{peak}}$	91,76 kA m <sup>-1</sup>
Oberflächenflussdichte	$B_{\text{peak}}$	115,31 mT
Elektrisches Oberflächenfeld	$E_{\text{peak}}$	64,90 MV m <sup>-1</sup>
Berechnete Größen		
Geometriefaktor	$G$	144,40 Ω
Effektive Länge	$l_{\text{eff}}$	51,28 mm
Beschleunigungsfeld	$E_{\text{acc}}$	26,24 MV m <sup>-1</sup>
Proportionalitätsfaktor	$\kappa_E$	2,47
Proportionalitätsfaktor	$\kappa_H$	3,50 mA V <sup>-1</sup>

### 5.1.3. Messungen an den Einzellern

Die angeschafften Einzellern mit Bezeichnung 3MC12 und 3MC69 wurden nach der Lieferung bezüglich der Resonanzfrequenz untersucht. Dazu wurde ein vektorieller Netzwerkanalysator verwendet, mit dem die Transmission abhängig von der Frequenz gemessen werden kann. Diese Messung ist für beide einzelligen Kavitäten in Abb. 5.1.6 dargestellt. Die Resonanzfrequenzen von 2,943 GHz und 2,941 GHz weichen um 1 % von der simulierten Resonanzfrequenz von 2,97 GHz ab. Die Abweichung ist kleiner als die durch die Gütemessungen erwarteten Unsicherheiten [52]. Die Resonanzbreiten der Kavitäten von  $(416 \pm 4)$  kHz und  $(420 \pm 11)$  kHz sind im Rahmen der Unsicherheiten gleich. Insgesamt zeigen beide Kavitäten bei Raumtemperatur ein sehr ähnliches Verhalten. Für die Bestimmung der Resonanzbreite und -frequenz wurde eine Lorentzkurve der Form

$$f(\omega) = \frac{1}{(\omega^2 - \omega_0^2) + \Delta f_0^2 \omega_0^2}, \quad (5.1.1)$$

mit der Kreisfrequenz  $\omega$ , der Resonanzkreisfrequenz  $\omega_0$  und der Breite  $\Delta f_0$ , an die Messdaten angepasst. Aufgrund der hohen externen Güte  $Q_{\text{ex}} \gg Q_{\text{L}}$  der verwendeten Einkoppelantenne gilt  $Q_0 \approx Q_{\text{L}} = f_0 / \Delta f_0$  (vgl. Gl. (3.4.1)).



**Abb. 5.1.6.:** Bandbreite der beiden angeschafften einzelligen Kavitäten bei Raumtemperatur  $T = 300$  K mit der Anpassung einer Lorentzkurve (Gl. (5.1.1)). Aufgrund des für Kavität 3MC12 größer gewählten Frequenzbereiches ist die Auflösung dieser Messung niedriger.

## 5.2. Weiterentwicklung des vertikalen Badkryostaten

Für die Untersuchung der für die Verwendung an Beschleunigeranlagen relevanten Eigenschaften wie Güte und maximaler elektromagnetischer Feldstärken der neuartigen Materialien wie Niobnitrid ist es erforderlich, entsprechend behandelte Beschleunigungskavitäten in einer kontrollierten Umgebung zu vermessen. Dies wird am Institut für Kernphysik durch einen bereits mehrfach für verschiedene Zwecke verwendeten vertikalen Badkryostaten ermöglicht [85, 86]. Der vertikale Badkryostat ermöglicht Messungen bei tiefkalten Temperaturen bis unter 2 K.

Im folgenden Kapitel wird der vertikale Badkryostat zunächst vorgestellt, um anschließend die erforderlichen Erneuerungsmaßnahmen für präzisere Messungen zu erläutern. Die wichtigste in dieser Arbeit durchgeführte Neuerung ist die Entwicklung einer variablen Einkopplung, die es erlaubt, die externe Güte  $Q_{\text{ext}}$  an die intrinsische Güte  $Q_0$  anzupassen.

### 5.2.1. Motivation für eine variable Einkopplung

Der vertikale Badkryostat soll präzise Messungen der Güte mit kleinen Unsicherheiten in den Ergebnissen für unterschiedlich behandelte Kavitäten ermöglichen. Die Unsicherheit der Güte hängt wesentlich vom Koppelfaktor  $\beta$  ab [53]:

$$\delta Q_0 = \left\{ \left( \frac{\delta\beta \cdot \beta}{1 + \beta} \right)^2 + \delta\tau^2 \right\}^{1/2}.$$

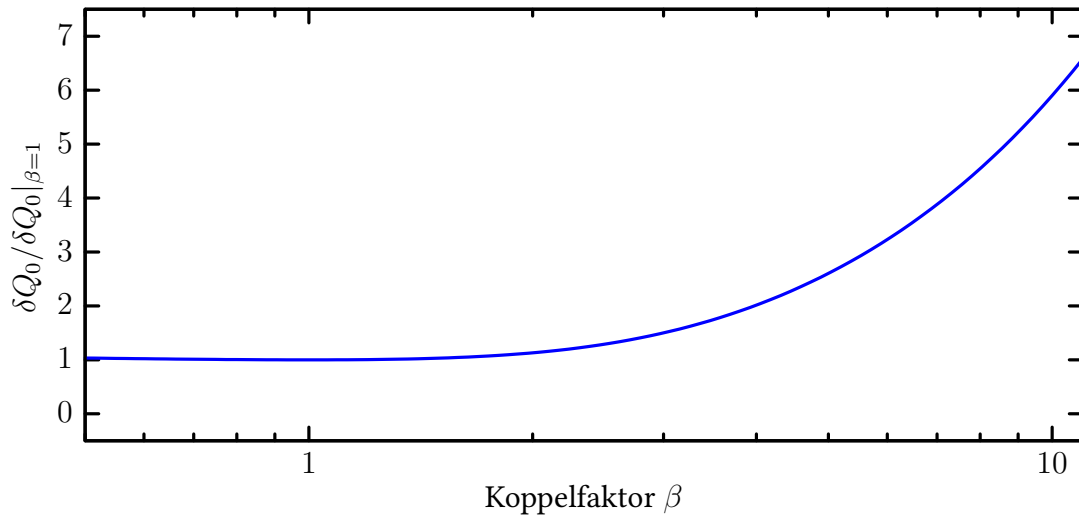
Die Unsicherheit des Koppelfaktors  $\delta\beta$  lässt sich über

$$\delta\beta = \delta P \frac{\Gamma}{\sqrt{2}} \cdot \left\{ \left( \frac{1}{1 + \Gamma} \right)^2 + \left( \frac{1}{1 - \Gamma} \right)^2 \right\}^{1/2},$$

mit  $\Gamma = \frac{1 - \beta}{1 + \beta}$

abschätzen, wobei  $\delta P$  die Unsicherheit der Leistungsmessung ist und  $\Gamma$  der Reflektionskoeffizient. Die Unsicherheit der unbelasteten Güte hängt von den konstanten relativen Unsicherheiten  $\delta P$  der Leistungsmessung und  $\delta\tau$  der Anpassung ab. Die grafische Darstellung der relativen Unsicherheit für  $\delta P = 10\%$  und  $\delta\tau = 5\%$  in Abb. 5.2.1 macht ersichtlich, dass die Kopplung möglichst nahe an  $\beta = 1$  liegen sollte. Für  $\beta = 4$  verdoppelt sich die Unsicherheit von  $Q_0$ . Dies motiviert die Entwicklung einer variablen Einkopplung, die die bisherige Einkoppelantenne mit fester Geometrie aus [51]

ersetzt. Der Koppelfaktor der variablen Einkopplung kann bei Bedarf im kalten Zustand des Kryostaten von Außen geändert werden.



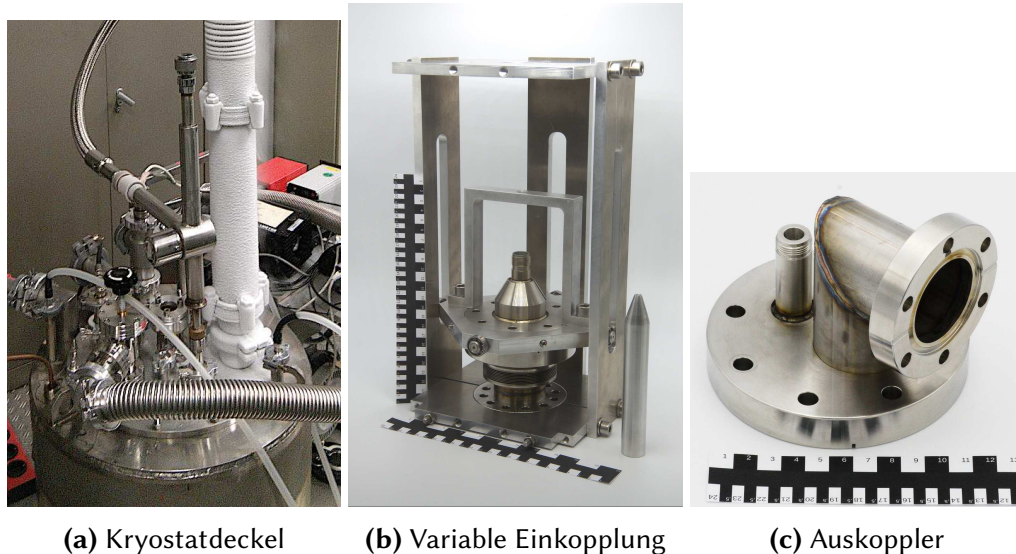
**Abb. 5.2.1.:** Zunahme der Unsicherheit der Güte  $\delta Q_0$  bezogen auf die Unsicherheit bei kritischer Kopplung  $\delta Q_0|_{\beta=1}$  mit wachsendem Koppelfaktor  $\beta$ .

### 5.2.2. Entwicklung und Umsetzung der variablen Einkopplung

Um die Anforderung der Verstellbarkeit der Einkoppelantenne erfüllen zu können, mussten die Hauptkomponenten vom vertikalen Badkryostat neu entwickelt werden. Die Komponenten umfassen den Kryostatdeckel mit der Verstelleinrichtung (s. Abb. 5.2.2a), den Einkoppler selbst (s. Abb. 5.2.2b) und den Auskoppler (s. Abb. 5.2.2c).

Für die Umsetzung der neuen variablen Einkopplung wurde der Deckel des vertikalen Badkryostaten neu entwickelt. Dies ermöglichte auch, die Vakuumleitung für das Vakuum in der Kavität von 16 mm Nenndurchmesser auf 40 mm Nenndurchmesser zu vergrößern. Der größere Durchmesser erlaubt eine höhere Saugleistung und niedrigere Enddrücke des Vakuumsystems zum Schutz der Oberfläche der Kavität, die bei niedrigen Temperaturen  $T < 80\text{ K}$  zu einer leistungsfähigen Kryopumpe wird. Das Ausfrieren von Gasen an der Oberfläche kann die Performanz der Kavität mindern.

In Abb. 5.2.3a ist eine Schnittansicht der Verstelleinrichtung für die externe Güte am Deckel dargestellt. Die äußere Verstellung der Einkopplung geschieht über eine Rändelmutter mit 80 mm Außendurchmesser, die einen CF16 Blindflansch (blau) mit Außengewinde auf Führungszylindern vertikal verschiebt. Der vertikale Bewegungsspielraum ist hier durch einen Membranbalg (rot), der das Heliumvolumen von der Atmo-



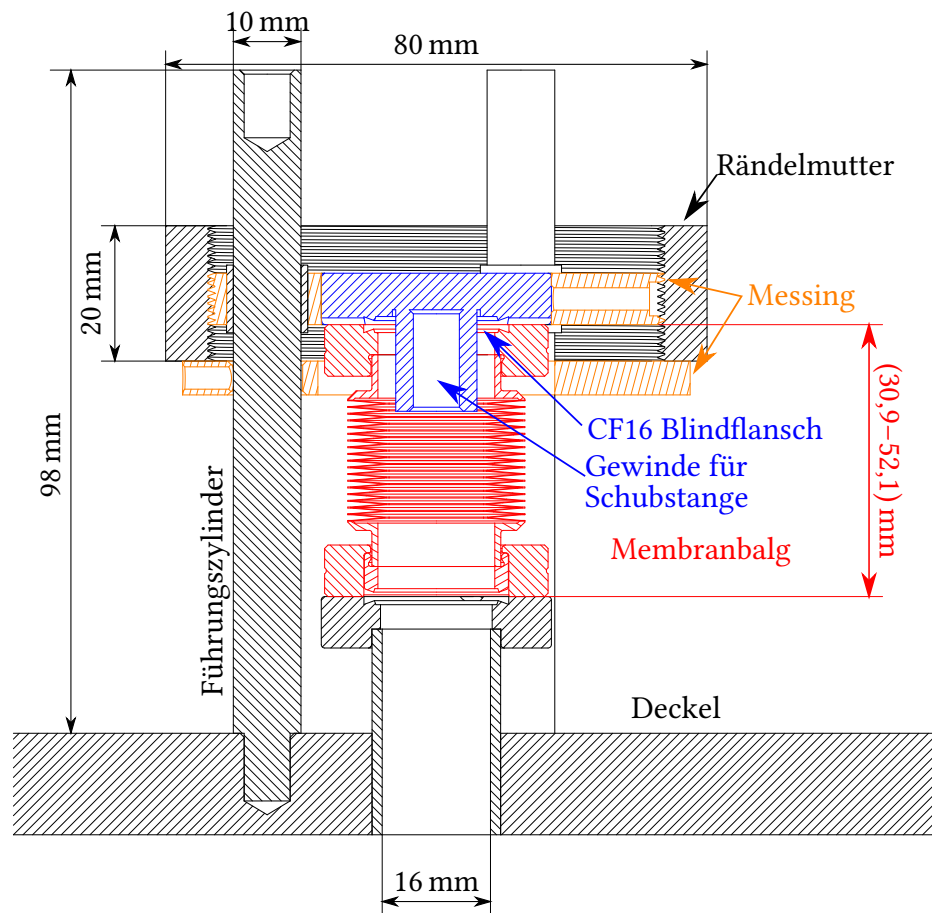
**Abb. 5.2.2.:** Einige Komponenten der variablen Einkopplung.

sphäre trennt, auf ca. 20 mm limitiert. Am CF16-Blindflansch wird eine Schubstange (nicht dargestellt) eingeschraubt, die die Verstellung auf den eigentlichen Einkoppler überträgt.

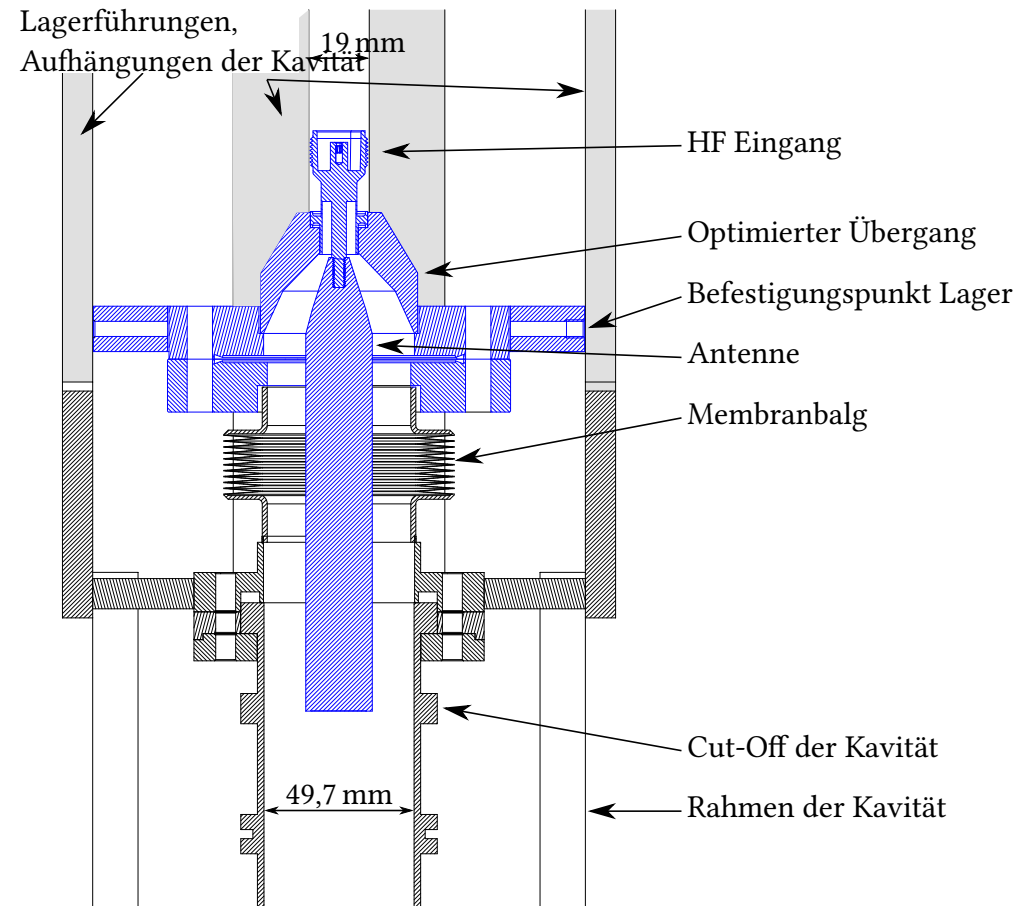
Die vertikale Position der Verstellereinrichtung am Deckel ändert über die Schubstange die Eindringtiefe der Antenne in das Cut-Off Rohr der Kavität. Eine Schnittansicht des Einkopplers ist in Abb. 5.2.3b gegeben, die durch die Schubstange und damit durch die Verstelleinrichtung am Deckel bewegten Komponenten sind in blau hervorgehoben. Um eine Verkipfung der Antenne oder Scherung des Membranbalges am Einkoppler zu unterbinden, sind die Aufhängungen für die Kavität mit 19 mm Schlitten versehen, in denen Kugellager laufen (s. Abb. 5.2.2b). Die einzelnen Komponenten der Einkopplung sind aus nichtmagnetischem Edelstahl (Werkstoff-Nr. 1.4429, AISI 316LN) oder Aluminium gefertigt, damit keine externen Magnetfelder die Performanz der zu messenden Kavitäten beeinflussen können (s. Abs. 3.1.2).

Der mögliche Verstellbereich der variablen Einkopplung ergibt sich aus dem freien Gewinde der Rändelmutter, das durch die Höhe 20 mm der Rändelmutter abzüglich der Dicke der Messingscheibe von 10 mm gegeben ist. Um die Membranbälge zu schonen ist der Verstellbereich der Rändelmutter (s. Abb. 5.2.3a) auf 10 mm eingeschränkt. Falls nötig, ließe sich durch eine neue Rändelmutter mit einer Höhe von 30 mm der Verstellbereich auf 20 mm erhöhen.

Eine 3D-CAD Darstellung des vollständig neu entwickelten Einsatzes für den vertikalen Badkryostaten ist in Abb. 5.2.4 gezeigt. Die einzelnen Komponenten werden in den nächsten Abschnitten dieses Kapitels erläutert.



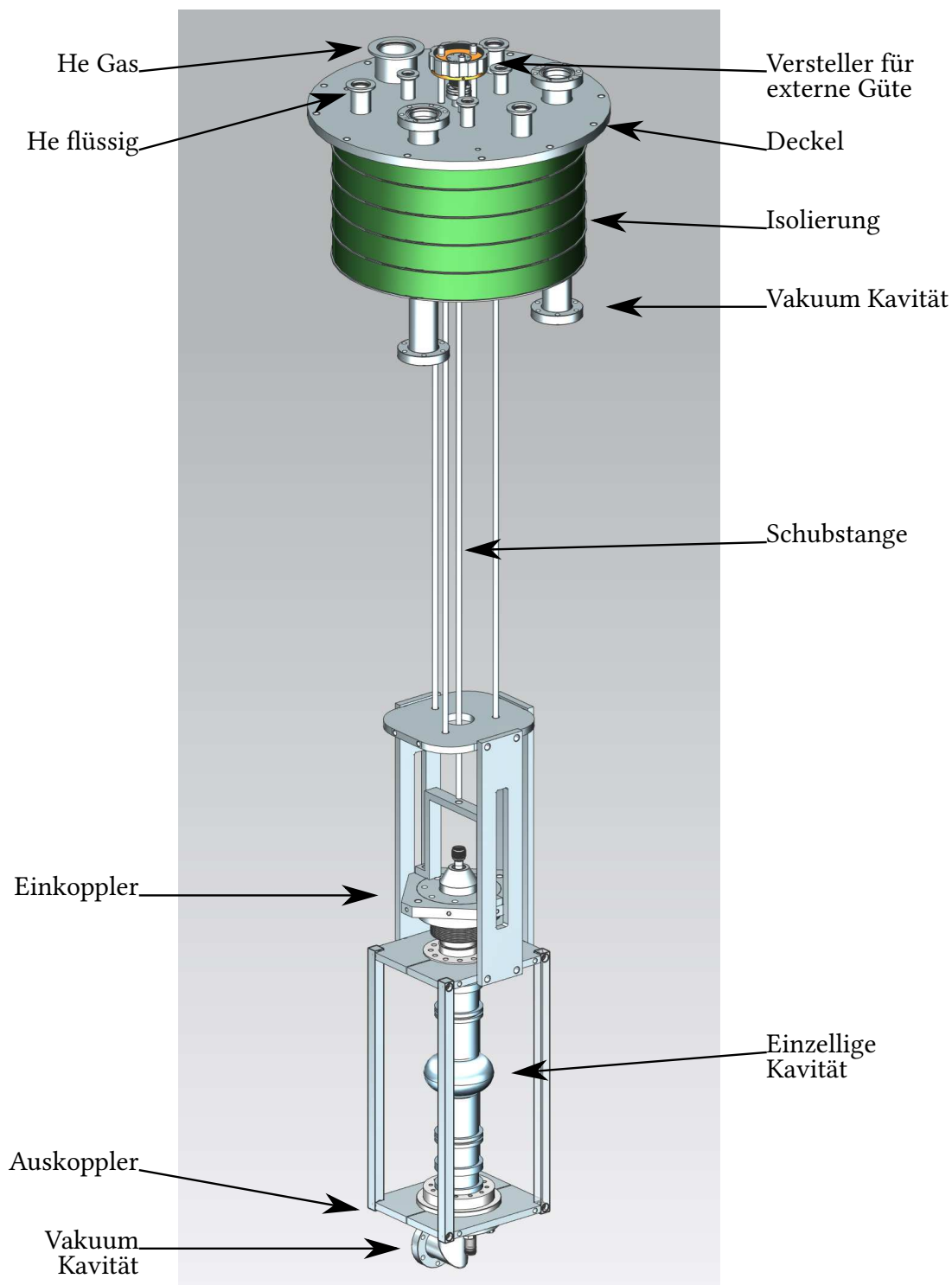
(a) Ein Membranbalg (rot) mit ca. 20 mm Hub trennt den Heliumtank gegenüber der Atmosphäre. Die Rändelmutter gleitet auf einer vertikal fixierten Messingscheibe (orange) und ändert über ihr Innengewinde die vertikale Position einer mit Außengewinde versehenen Messingscheibe (orange). Die Schubstange (nicht dargestellt) ist über einen CF16-Flansch (blau) mit dieser Messingscheibe verbunden.



(b) Über die links dargestellte Verstelleinrichtung auf der Oberseite des Kryostaten lässt sich der blau dargestellte Teil des Einkopplers vertikal verstellen. Ein Membranbalg mit ca. 20 mm Hub trennt den Heliumtank vom Vakuum in der Kavität.

**Abb. 5.2.3.:** Schnittdarstellung der Verstelleinrichtung auf dem Deckel (links) und an der Kavität (rechts). Die externe Güte der Einkoppelantenne lässt sich während des Betriebes an die Güte der Kavität anpassen, indem die Eindringtiefe der Antenne in das Cut-Off Rohr der Kavität geändert wird. Die Verstellung erfolgt über eine große Rändelmutter auf der Oberseite (links) des Kryostaten; die vertikale Bewegung wird über eine nicht dargestellte Schubstange auf den unteren Teil (rechts) des Einsatzes übertragen.





**Abb. 5.2.4.:** Visualisierung des neu entwickelten Einsatzes für den vertikalen Badkryostaten mit der Möglichkeit, die externe Güte des Einkopplers während einer Messung von außen zu manipulieren. Die vertikale Verstellung wird über eine Schubstange an den Einkoppler übertragen, wodurch die Eindringtiefe der Antenne variiert wird. Weitere, nicht bezeichnete Durchführungen am Deckel werden benötigt für die Hochfrequenz Ein- und Ausgangsleistung, He-Nievausonde, Temperatursensoren, Heizwiderstände und He-Druckmessung.

### 5.2.3. Simulation der variablen Einkopplung

Die variable Einkopplung ist aus vielen Einzelkomponenten aufgebaut. Einige dieser Komponenten führen elektromagnetische Hochfrequenz-Signale (HF-Signale) von standardisierten Komponenten in die zu vermessende Kavität, die als spezialisierte Entwicklung nicht über standardisierte Anschlüsse verfügt. Es ist notwendig, diese Komponenten mit elektromagnetischen Feldsimulationen zu charakterisieren und bezüglich der Übertragung der HF-Signale zu optimieren.

Aus der Darstellung des variablen Einkopplers in Abb. 5.2.3b ist erkennbar, dass vom standardisiertem HF Eingang (Typ HN-Anschluss) auf das Cut-Off Rohr der Kavität ein deutlicher Unterschied des Durchmessers besteht. Solche Übergänge führen zu Reflektionen der eingebrachten HF Leistung. Um diese Reflektionen zu minimieren und die Transmission zu optimieren wurden Simulationen dieses Übergangsbereiches in CST MWS durchgeführt. Die einschweißbare kommerziell erhältliche HN-Vakuumdurchführung, dargestellt in Abb. A.0.1, ist mit einer Impedanz von  $50\ \Omega$  Stecker- wie vakuumseitig spezifiziert, sodass für das CST MWS Modell die vakuumseitige Geometrie verwendet wurde. Der genaue interne Aufbau der Durchführung ist nicht bekannt.

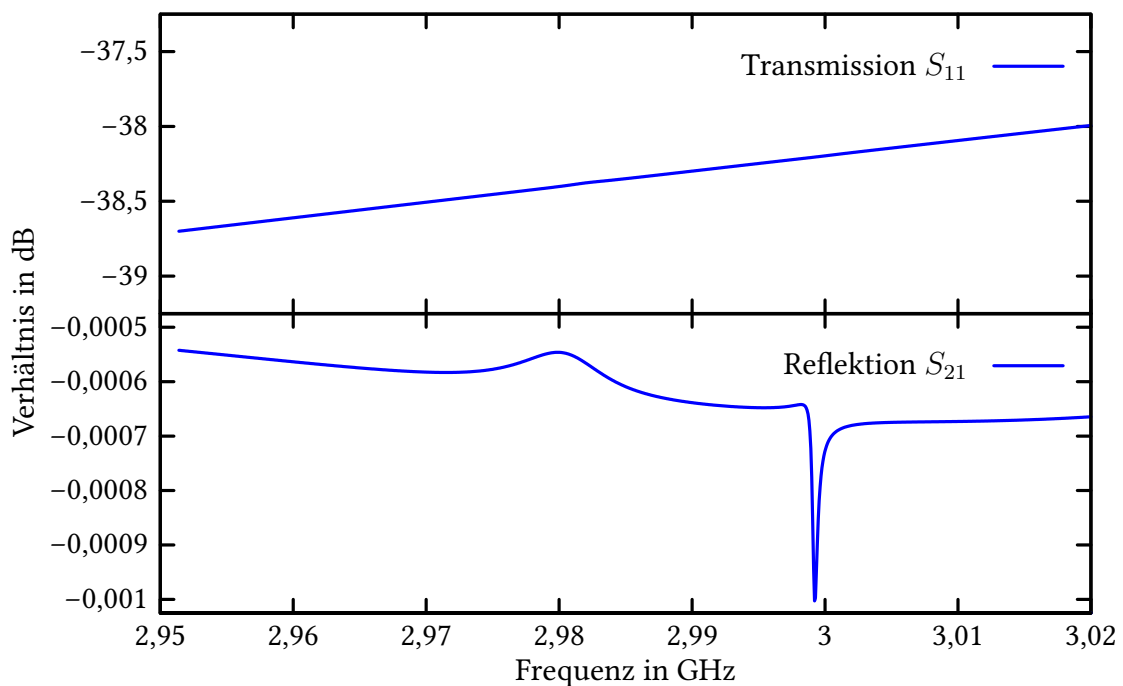
Das Cut-Off Rohr bildet zusammen mit der Einkoppelantenne einen koaxialen Leiter mit dem Außendurchmesser von  $D = 49,68\text{ mm}$  des Cut-Off Rohres und einem Innendurchmesser der Antenne von  $d = 22\text{ mm}$  der Antenne. Die Leitungsimpedanz  $Z_L$  einer koaxialen Leitung ist durch

$$Z_L = \frac{60\ \Omega}{\epsilon_r} \log \left( \sqrt{\frac{D}{d}} \right)$$

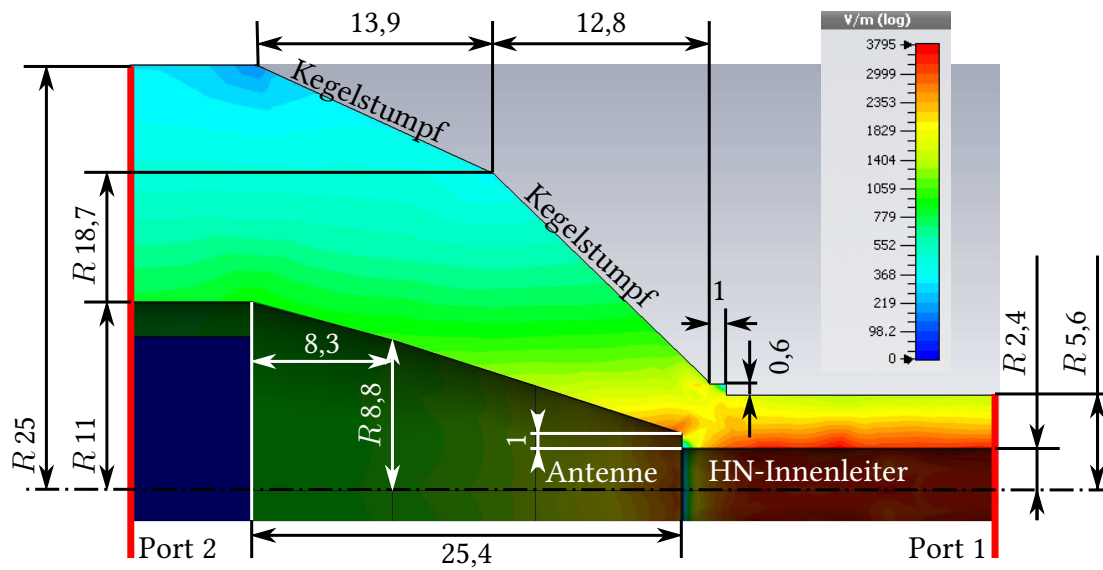
mit der elektrischen Permittivität  $\epsilon_r = 1$  für Vakuum, gegeben. Mit den gegebenen Durchmessern beträgt die Impedanz des Cut-Off Rohres  $49\ \Omega$ . Dieser Wert liegt nahe an der Impedanz von  $50\ \Omega$  der verwendeten HF-Komponenten und stellt damit eine gute Basis für die folgenden Simulationen dar. Zusammen mit den Maßen der HN-Durchführung geben diese Parameter den Anfang und das Ende des zu optimierenden Übergangsbereiches zwischen HN-Durchführung auf das Cut-Off Rohr der Kavität vor. Weitere Vorgaben für das Simulationsmodell ergaben sich durch den folgenden Fertigungsprozess des Übergangsstückes in der mechanischen Werkstatt des Instituts für Kernphysik. Die Einkoppelantenne muss im Bereich, der auf die HN-Durchführung aufgeschraubt wird, über einen gegenüber dem Innenleiter der HN-Durchführung größeren Durchmesser für das Einschneiden eines M4-Innengewinde verfügen. Aus technischen Gründen kann der Außenleiter der HN-Durchführung nicht bündig mit dem Übergangsstück abschließen, es verbleibt eine ca. 1 mm Tiefe Stufe. Die Form des Über-

ganges selbst wurde mit zwei Kegelstümpfen, sowohl für die Antenne als auch für den Außenleiter, modelliert. Die Länge und der Durchmesser der Kegelstümpfe wurde im Optimierungsprozess variiert, um den Reflektionskoeffizienten  $S_{11}$  zu minimieren. Nach dem Optimierungsprozess in CST MWS ergaben sich für die Parameter der Streumatrix  $S$  für die Reflektion  $S_{11} = (-38,3 \pm 0,4)$  dB und für die Transmission  $S_{21} = 0$  dB für den Frequenzbereich von (2,95–3,02) GHz (s. Abb. 5.2.5). Die sehr geringe Reflektion von Umgerechnet weniger als 0,1 % bedeutet, dass die Streumatrix vom Übergang keinen Einfluss auf die Ergebnisse der Gütemessung haben wird. Ein Schnitt des erstellten Simulationsmodelles ist mit den bereits optimierten Maßen in Abb. 5.2.6 zusammen mit einem Konturplot der elektromagnetischen Feldamplitude dargestellt. Die Feldstärken sind vor allem in den Bereichen der Stufen an der Antenne und der Durchführung erhöht. Aufgrund der insgesamt niedrigen erforderlichen Leistung für das Erreichen der maximalen Feldstärken in den Kavitäten des S-DALINAC von ca. 1 W pro Zelle wird kein erhöhter Wärmeeintrag an diesen Orten erwartet.

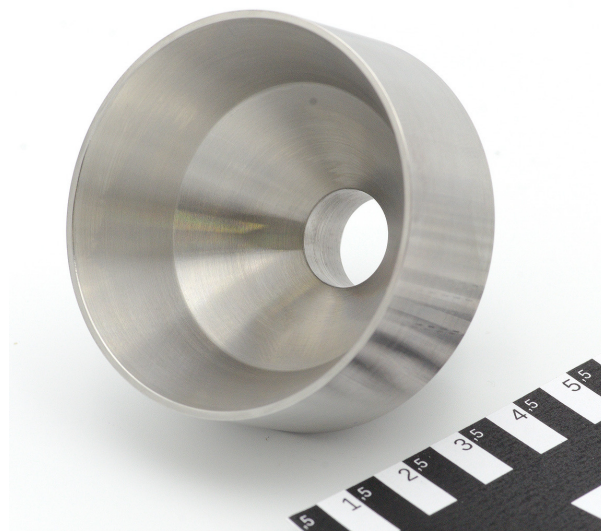
Das nach den durch die Simulation vorgegeben Maßen in der mechanischen Werkstatt gedrehte Übergangsstück ist in Abb. 5.2.7 gezeigt.



**Abb. 5.2.5.:** Parameter der Streumatrix  $S$  für das finale Modell des Überganges von HN-Durchführung auf Cut-Off Rohr der Kavität. Die Streumatrix ändert sich nur geringfügig im simulierten Frequenzbereich.



**Abb. 5.2.6.:** Feldamplitude des elektrisches Feldes, simuliert mit CST Microwave Studio. Maße in mm.



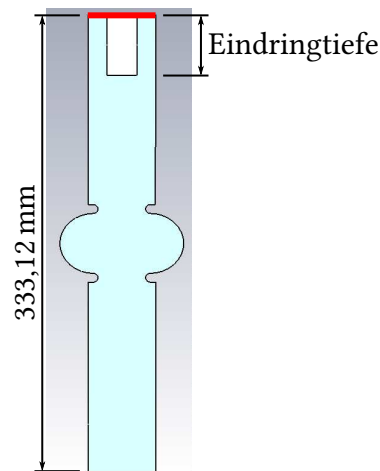
**Abb. 5.2.7.:** Fotografie des gedrehten Überganges von HN-Durchführung auf Cut-Off Rohr der Kavität vor dem Schweißen.

Für eine bestmögliche Einkopplung von Leistung in die Kavität über eine zylindrische Antenne muss der Abstand zwischen der Iris der Kavität und der Antennenspitze so gewählt werden, dass sich eine Kopplung von  $\beta = 1$  ergibt. Die Kopplung ist gegeben durch das Verhältnis

$$\beta = \frac{Q_{\text{ex}}}{Q_0},$$

jedoch ist die unbelastete Güte  $Q_0$  einer Kavität vor der Messung nicht bekannt. Aus den Erfahrungen der Gütemessung an den 20-zelligen 3 GHz Kavitäten des Beschleunigers liegen die unbelasteten Güten der Kavitäten des S-DALINAC im Bereich von  $5 \cdot 10^8 - 5 \cdot 10^9$  [52], die externe Güte  $Q_{\text{ex}}$  der variablen Einkopplung sollte diesen Bereich abdecken.

Die externe Güte kann im Eigenmode-Solver von CST MWS berechnet werden. Dazu wurde das Modell der Kavität aus Kap. 5.1 um eine zylindrische Antenne des richtigen Durchmessers  $d = 22$  mm erweitert, und die Eindringtiefe als Parameter definiert (s. Abb. 5.2.8). CST berechnet die externe Güte eines Waveguide-Ports (rot), der an das Ende des Cut-Off Rohres mit dem Antennen-Stummel der Kavität platziert ist. Die Einstellungen des Solvers sind in Tab. A.0.3 aufgeführt. Die gleiche Simulation wurde für eine 20-zellige und eine sechszellige Kavität durchgeführt, da aufgrund der leicht unterschiedlichen Zellengeometrien Unterschiede zu erwarten waren.

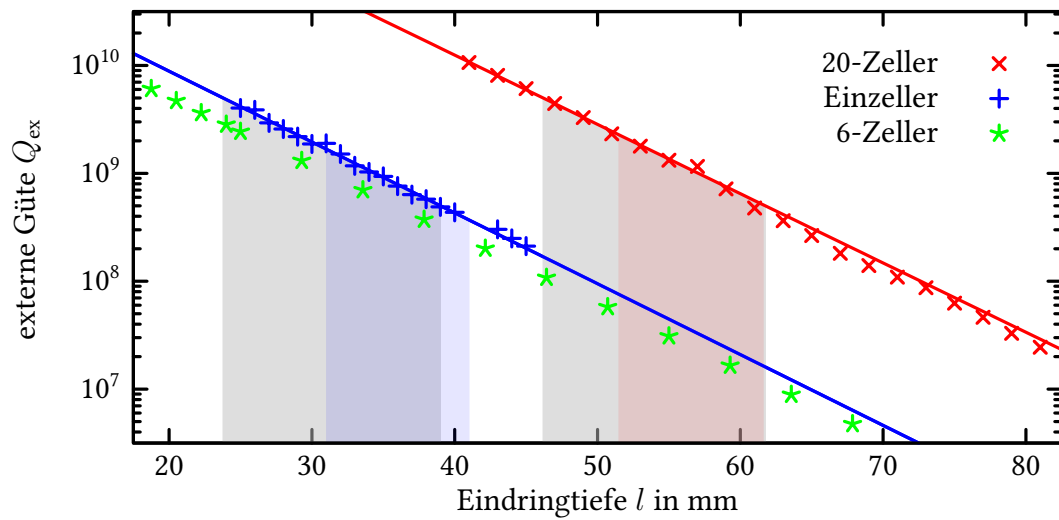


**Abb. 5.2.8.:** CST Modell anhand dessen die optimale Eindringtiefe der Antenne in das Cut-Off Rohr des Einzellers bestimmt wurde. In rot ist der Waveguide-Port dargestellt.

Das Ergebnis der Simulation an einzelligen, sechszelligen und 20-zelligen Kavitäten lässt sich grafisch, wie in Abb. 5.2.9 gezeigt, darstellen. Durch das exponentielle Abfallen des Feldes im Cut-Off Rohr oberhalb der Cut-Off Frequenz ist zu erwarten, dass die externe Güte exponentiell mit wachsender Eindringtiefe  $l$  abfällt:

$$Q_{\text{ex}}(x) \propto \exp(\alpha \cdot x). \quad (5.2.1)$$

An die Datensätze für ein- und 20-zellige Kavitäten wurden exponentielle Funktionen nach Gl. (5.2.1) angepasst, die dieses Verhalten bestätigen. Für den Parameter  $\alpha$  erhält man für den Einzeller  $\alpha_1 = (1,51 \pm 0,04) \cdot 10^{-1} \text{ mm}^{-1}$  und für den 20-Zeller  $\alpha_{20} = (1,48 \pm 0,01) \cdot 10^{-1} \text{ mm}^{-1}$  in guter Übereinstimmung mit  $\alpha = 1,53 \cdot 10^{-1} \text{ mm}^{-1}$  aus einer früheren Abschätzung des alten Einkopplers vom vertikalen Badkryostaten in [51]. Der gewünschte Bereich von  $5 \cdot 10^8$ – $5 \cdot 10^9$  für die externe Güte des Einkopplers lässt sich mit einem Verstellweg von ca. 15 mm abdecken. Aufgrund der deutlichen Unterschiede der externen Güte für ein- und 20-zellige Kavitäten muss auf zwei Antennenlängen zurückgegriffen werden, die während der Reinraummontage der variablen Einkopplung an die jeweilige Kavität getauscht werden können. Die Simulation der sich in Entwicklung befindlichen sechszelligen neuen Einfangkavität [87, 88] ergab, dass für diese auf die Antenne für die einzelligen Kavitäten zurückgegriffen werden kann. Eine Messung der Eindringtiefe am zusammengesetzten Aufbau des Einkopplers ergab die farbig in Abb. 5.2.9 hinterlegten Bereiche, deren Verstellweg limitiert durch die Rändelmutter jeweils ca. 10 mm beträgt.



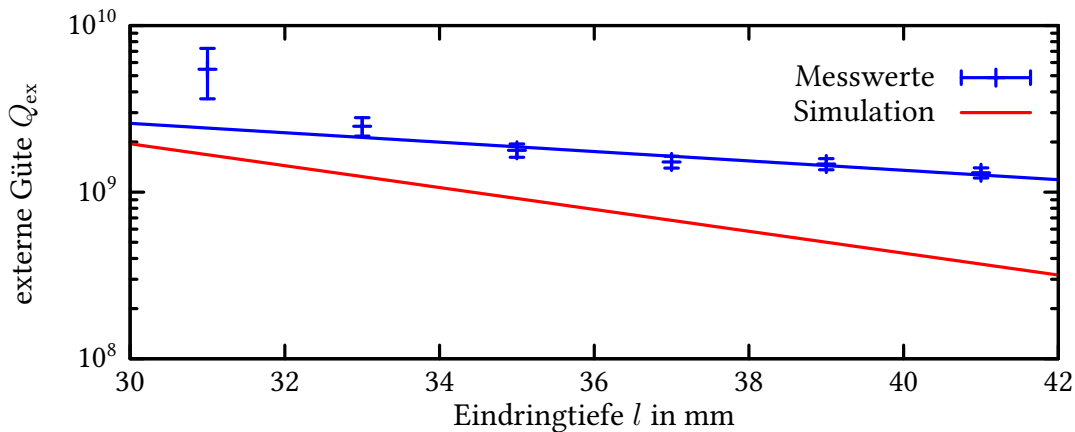
**Abb. 5.2.9.:** Simulation der externen Güte  $Q_{ex}$  der Einkoppelantenne mit verschiedenen Eindringtiefen. In grau hinterlegt ist der Bereich über den die Eindringtiefe verstellbar sein sollte, um unbelastete Güten zwischen  $5 \cdot 10^8$ – $5 \cdot 10^9$  abdecken zu können. Die benötigten Verstellbereiche für 20-Zeller (rot) und Einzeller (blau) unterscheiden sich deutlich um ca. 2 cm. Die mechanisch möglichen Verstellbereiche sind farbig hinterlegt. In grün ist die externe Güte an der sechszelligen Kavität dargestellt.

#### 5.2.4. Inbetriebnahme der neu entwickelten Komponenten

Die neu entwickelten Komponenten wurden zusammen mit einer einzelligen Kavität in den vertikalen Badkryostaten eingebaut, um eine Erstinbetriebnahme durchzuführen. Der vertikale Badkryostat wurde dazu mit flüssigen Helium mit einer Temperatur von 4 K gefüllt und anschließend der Dampfdruck über einen externen Pumpstand auf 35 mbar reduziert, um eine Temperatur von 2 K zu erreichen. Bei dieser Temperatur wurde die externe Güte der variablen Einkoppelantenne während einer Gütemessung (s. Kap. 7) aus der belasteten und unbelasteten Güte über (vgl. Gl. (3.4.1))

$$Q_{\text{ex}} = (1/Q_L - 1/Q_0)^{-1}.$$

bestimmt. Die variable Einkopplung wurde so eingestellt, dass die tiefste Position (größte Eindringtiefe) bei maximaler Balgkompression erreicht war. Dies entspricht einer Eindringtiefe der Antenne in das Cut-Off Rohr der Kavität von 41 mm, die zuvor mit einem Messschieber ohne Kupferdichtungen zwischen den Komponenten bestimmt wurde. Das Ergebnis der Messung der externen Güte  $Q_{\text{ex}}$  ist in Abb. 5.2.10 zusammen mit der Simulation der Einkopplung dargestellt. Die Messung von  $Q_{\text{ex}}$  ist systematisch zu hoch und die Steigung der Anpassung zu flach gegenüber dem Simulationsergebnis. Zum einen ergibt sich durch den Einbau von Kupferdichtringen eine um bis zu 2 mm reduzierte Eindringtiefe, zum anderen sorgt die biegsame Schubstange für eine Abflachung der Steigung bei hohen Eindringtiefen. Eine weitere Ursache kann die Vereinfachung des Simulationsmodelles darstellen. Trotz dieser Abweichungen der tatsächlichen externen Güte zum Simulationsergebnis sollte der Verstellbereich von  $Q_{\text{ex}} = 1,3 \cdot 10^9 - 5,5 \cdot 10^9$  für die Gütemessung der einzelligen Kavitäten mit einer erwarteten Güte von ca.  $1 \cdot 10^9$  ausreichend sein.



**Abb. 5.2.10.:** Gemessene externe Güte  $Q_{\text{ex}}$  über der Eindringtiefe (blau) und eine Anpassung an die Simulation der Eindringtiefe (rot).

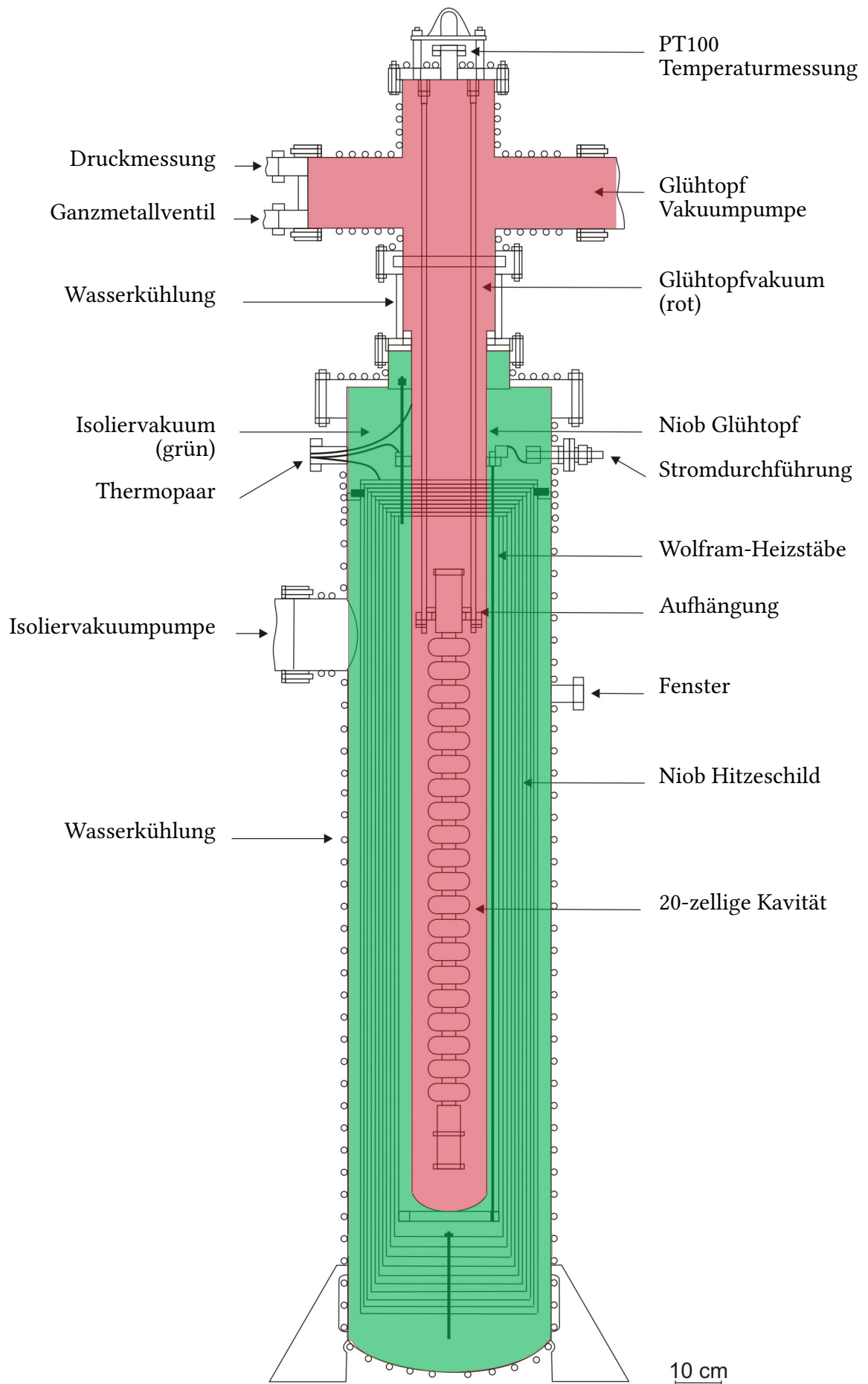


### 5.3. Ultrahochvakuum Hochtemperaturofen

Der Ultrahochvakuum Ofen (UHV Ofen) am Institut für Kernphysik wurde in den 1980er Jahren in Wuppertal entwickelt und betrieben [89] und 2004 nach Darmstadt überführt. Er wurde erfolgreich für Ausheizprozeduren der supraleitenden Kavitäten des S-DALINAC eingesetzt [90, 91]. Diese Ausheizprozeduren dienen bei Temperaturen zwischen (800–1000) °C dazu, den in der Oberfläche eingelagerten Wasserstoff auszuheizen. Dieser Wasserstoff würde andernfalls die Performanz bezüglich Güte und Gradienten negativ beeinflussen [92].

Der UHV Ofen erlaubt deutlich höhere Temperaturen als diese bisher maximal in Darmstadt genutzten 1000 °C. Für die Erzeugung von Niobnitrid mit vorteilhaften supraleitenden Eigenschaften sind Temperaturen von über 1000 °C gefordert. Zu Beginn der Arbeit wurde daher sichergestellt, dass diese Temperatur erreicht und gehalten werden kann [93]. Eine weitere besondere Eigenschaft des Wuppertal-Ofens ist die vollständige Trennung des Vakuumsystems in ein Glühtopfvakuum und ein Isoliervakuum, wie in der Schnittansicht 5.3.1 gezeigt. Der Glühtopf sowie alle weiteren Elemente im Glühtopf, wie Probenhalter und Halterungen für Kavitäten, sind aus Niob hergestellt. Dies erlaubt absolut sauberes Ausheizen und bestmöglichen Bedingungen für die Herstellung von Niobnitriden ohne Kontamination mit Fremdstoffen. Für das Pumpen des Glühtopfvakuum stehen ein ölfreier, mobiler Turbopumpstand und eine Ionenzerstäuberpumpe zur Verfügung. Die Ionenzerstäuberpumpe erreicht niedrigere Enddrücke von bis zu  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar im Glühtopf, sättigt bei hohen Drücken jedoch vorzeitig. Für die Ausheizprozesse in Stickstoffatmosphäre wird auf den Turbopumpstand als Hauptpumpe zurückgegriffen, da der durch Nitrierungsprozesse im Glühtopf eingelagerte Stickstoff für hohe Ausgasraten während des Aufheizvorganges des UHV Ofens verantwortlich ist. Die Heizleistung des Ofens wird über drei Wolfram-Heizstäbe im Isoliervakuum erzeugt. Ein unregelmäßiges 40 kW Netzgerät stellt bis zu 350 A über drei Phasen für die Heizstäbe bereit. Die Temperatur wird über zwei Thermopaare des Typs C im Isoliervakuum in direkter Nähe zum Glühtopf gemessen. Bei 350 A beträgt die Temperatur am Glühtopf im Isoliervakuum ca. 1750 °C.

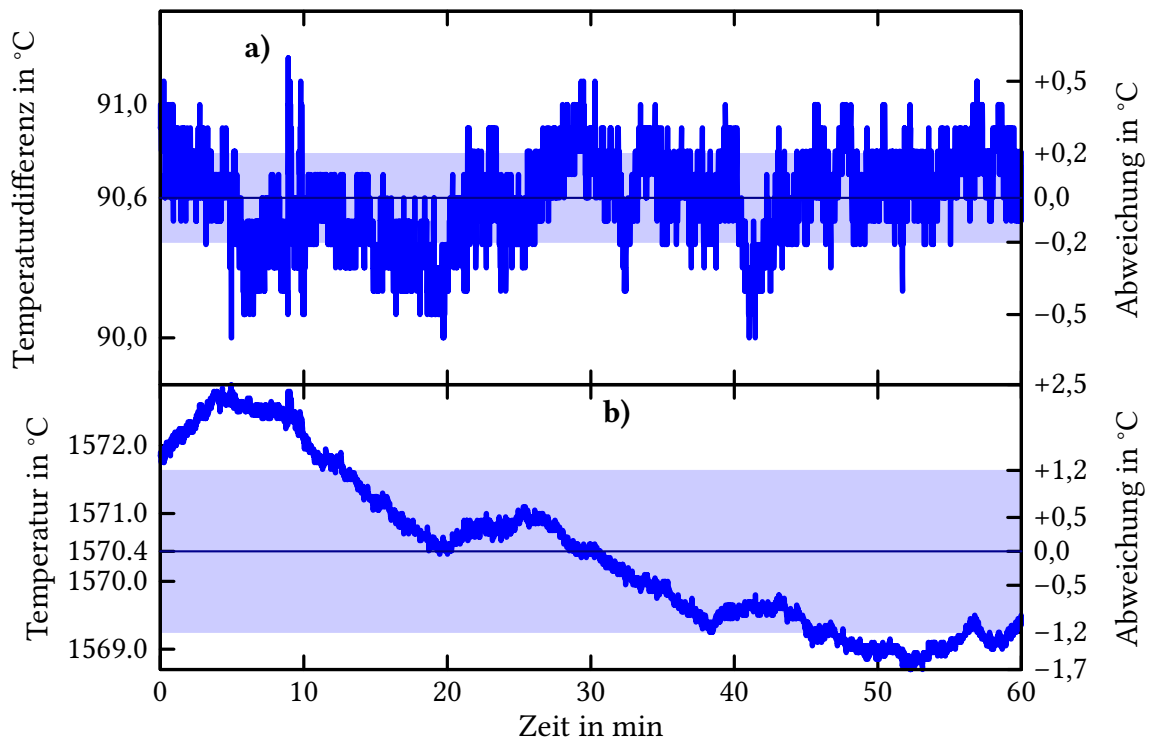
Eine der Fragestellungen ist, inwiefern der Abkühlprozess des UHV Ofens schnell genug verläuft, um bei Raumtemperatur eine  $\delta$ -Phase vorliegen zu haben (vgl. Abb. 4.2.1). Übliche Abkühlvorgänge, die die Hochtemperaturphasen zuverlässig einfrieren, wie das Abschrecken in einem Ölbad oder das Durchblasen von Stickstoff mit sehr hohen Volumenströmen sind am UHV Ofen technisch nicht möglich, oder schließen eine Verwendung der behandelten Kavitäten an Beschleunigeranlagen durch starke Verunreinigung aus.



**Abb. 5.3.1.:** Schnittdarstellung des UHV Ofens am Institut für Kernphysik. Dargestellt ist in grün das Isoliervakuum das den in rot eingefärbten Glühtopf umgibt. Im Isoliervakuum sind alle potentiell kontaminierenden Elemente, wie Heizstäbe, Temperaturüberwachung und ein 10-Lagiges Hitzeschild untergebracht. Dadurch ist sichergestellt, dass im Glühtopf keine Kontamination stattfindet. Aus [89].

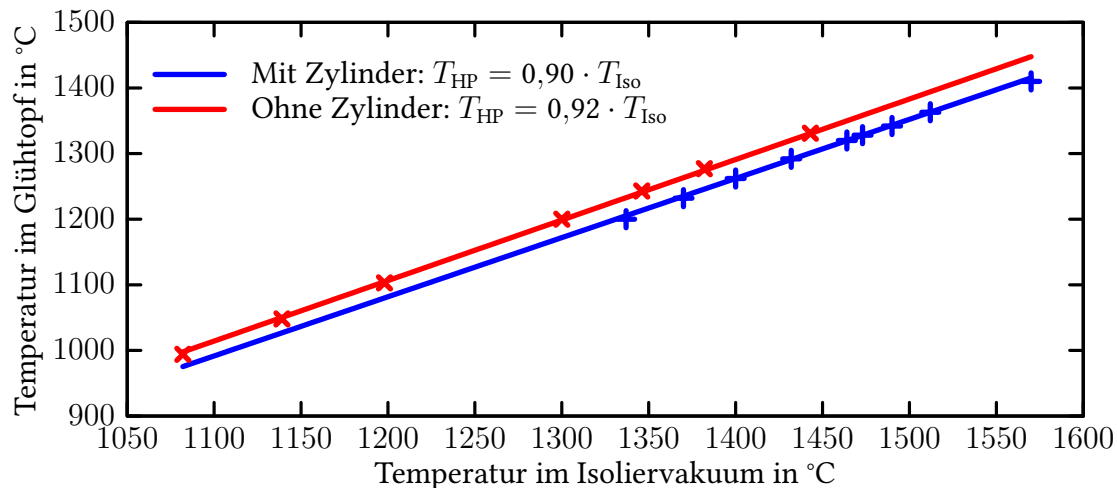
### 5.3.1. Temperaturmessung und Temperaturstabilität

Um Verunreinigungen zu vermeiden wird die Temperatur des Glühtopfes indirekt im Isoliervakuum über zwei Thermopaare des Typs C gemessen. Aufgrund der unterschiedlichen Positionen der Thermopaare sowohl vertikal als auch bezüglich der Heizstäbe unterscheiden sich die Temperaturen. In Abb. 5.3.2a ist die Temperaturdifferenz während eines Nitrierungsprozesses aufgetragen. Die Differenz zwischen den Thermopaaren im Isoliervakuum beträgt im Mittel mit  $1\sigma$ -Umgebung ( $90,6 \pm 0,2$ ) °C. Die mittlere Temperatur der Themropaare beträgt für den in Abb. 5.3.2b dargestellten Zeitraum mit  $1\sigma$ -Umgebung ( $1570,4 \pm 1,2$ ) °C; Die maximale Schwankung beträgt 4,2 °C. Die Temperaturstabilität des Ofens ist trotz des unregelmäßigen Heizstromes als hoch und in jedem Falle ausreichend für die durchgeführten Nitrierungsprozesse zu bewerten. Als Vergleichstemperatur für die durchgeführten Prozesse wird zukünftig die mittlere Temperatur der Thermopaare im Isoliervakuum herangezogen.



**Abb. 5.3.2.:** Diagramm zur Beurteilung der Temperaturstabilität vom UHV Ofen während eines einstündigen Nitrierungsprozesses mit Hervorhebung der  $1\sigma$ -Umgebung um den Mittelwert. **a)** Differenz der Temperatur der beiden Thermopaare im Isoliervakuum. **b)** Mittlere Temperatur der Thermopaare im Isoliervakuum.

Die beiden Thermopaare im Isoliervakuum des UHV Ofens erlauben keine direkte Messung der Temperatur im Glühtopf bzw. der Temperatur der Proben und Kavität im Glühtopf. Um den Temperaturunterschied zwischen Temperatur im Glühtopf und Temperatur im Isoliervakuum abschätzen zu können, wurde während zweier Testmessungen ein zusätzliches Thermopaar des Typs C in den Glühtopf auf einer Höhe, in der sich das obere Cut-Off Rohr einer auszuheizenden Kavität befinden würde, eingebracht. Bei einer der Messungen befand sich ein zusätzlicher das Thermopaar umschließender Zylinder aus Niob mit einem Durchmesser von ca. 7 cm im Glühtopf. Diese Messung ermöglichte eine Abschätzung der Temperatur innerhalb der Kavität. Durch Messartefakte sind die Temperaturmessungen des zusätzlichen Thermopaars im Glühtopf oberhalb einer Temperatur von 1500 °C im Isoliervakuum nicht mehr vertrauensvoll. Eine Anpassung von linearen Funktionen an die aufgezeichneten Messungen (s. Abb. 5.3.3) bis zu dieser Temperatur ermöglicht eine Abschätzung der Temperaturen im Glühtopf bei Temperaturen im Isoliervakuum von mehr als 1500 °C, die in Tab. 5.3.1 zusammengefasst sind. Die Temperatur im Zylinder ist bei  $T_{\text{Iso}} = 1600$  °C um ca. 33 °C niedriger als die Temperatur im Glühtopf außerhalb des Zylinders. Die durch die Temperaturstabilität bedingte Unsicherheit der Temperaturmessung im Isoliervakuum ist  $< 0,1$  %. Für die Unsicherheit der Extrapolation ist daher die Temperaturstabilität des Temperatursensors im Glühtopf von 0,7 % relevant. Für die Unsicherheit der zusätzlichen Temperaturabsenkung im Zylinder, d.h. in der Kavität, ergibt sich durch Gauß'sche Fehlerfortpflanzung  $(33 \pm 14)$  °C bei  $T_{\text{Iso}} = 1600$  °C. Im Vergleich zur Absoluttemperatur im Glühtopf ist der Effekt auf die Nitrierung durch die Temperaturabsenkung als gering einzustufen, da die stabilen Regionen der Nitridphasen (vgl. 4.2.1) größer sind.



**Abb. 5.3.3.:** Anpassung linearer Funktionen an die Temperaturmessungen mit und ohne Zylinder um das Thermopaar im Glühtopf.

**Tab. 5.3.1.:** Extrapolierte Temperaturen an verschiedenen Positionen

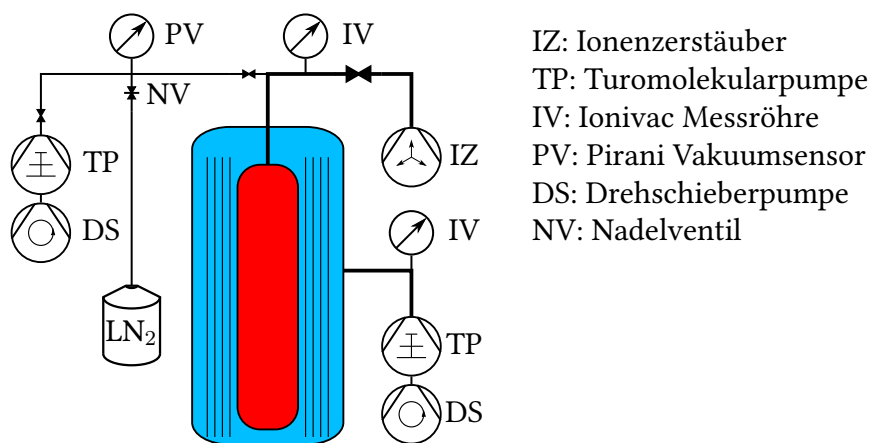
im Isoliervakuum	im Glühtopf	
	mit Zylinder	ohne Zylinder
1000 °C	$(901 \pm 7) ^\circ\text{C}$	$(922 \pm 7) ^\circ\text{C}$
1500 °C	$(1352 \pm 10) ^\circ\text{C}$	$(1383 \pm 10) ^\circ\text{C}$
1600 °C	$(1442 \pm 11) ^\circ\text{C}$	$(1475 \pm 11) ^\circ\text{C}$

## 6. Erzeugung von Niobnitriden

In diesem Kapitel wird die Erzeugung von Niobnitrid im UHV-Ofen erläutert und die Ergebnisse der Materialwissenschaftlichen Analysen an Niob-Proben vorgestellt.

### 6.1. Nitrierungsprozess

Für Nitrierungsprozesse ist es notwendig, das Glühtopfvakuum dosiert mit Stickstoff zu füllen. Eine schematische Darstellung des Vakuumsystems am UHV Ofen ist in Abb. 6.1.1 gegeben. Für Ausheizprozesse unter Stickstoffatmosphäre wird Stickstoff aus der flüssigen Phase dosiert über ein Nadelventil in den Glühtopf gegeben. Der Turbopumpstand und die Ionenzerstäuberpumpe werden in diesem Fall über Handventile vom Glühtopfvakuum getrennt.



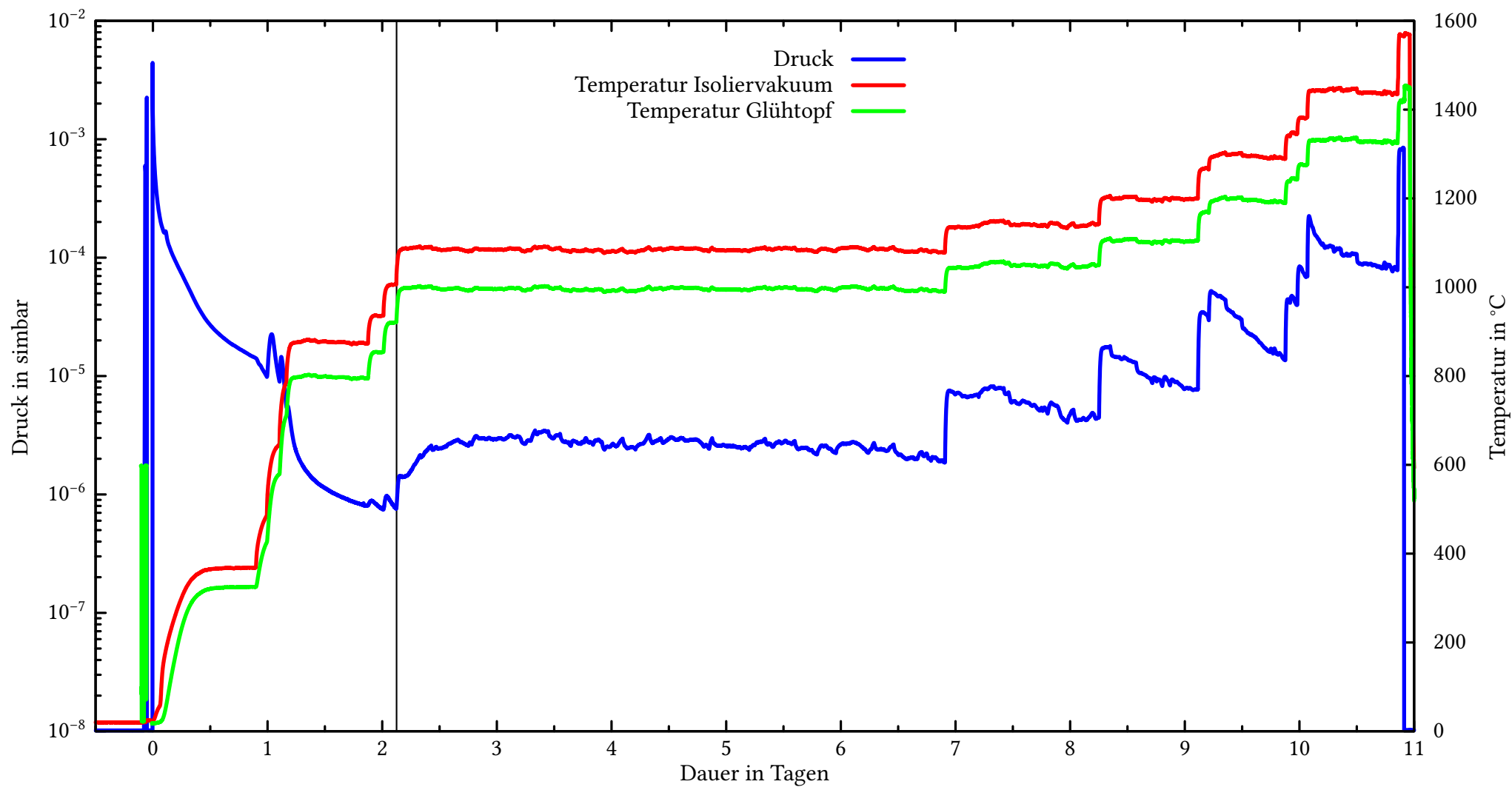
**Abb. 6.1.1.:** Vakuumschema des UHV Ofens. Das Isoliervakuum (blau) wird über eine Turbomolekularpumpe mit vorgeschalteter Drehschieberpumpe gepumpt. Das Glühtopfvakuum kann wahlweise über einen Turbopummostand (linke Seite) oder eine Ionenzerstäuberpumpe (IZ) (rechte Seite) gepumpt werden. Für das Erzeugen einer Stickstoffatmosphäre im Glühtopf wird die Pumpen vom Vakuumsystem abgetrennt, und Stickstoff aus der flüssigen Phase über ein Dosierventil in den Glühtopf eingelassen.

Um einen Prozess für die Erzeugung eines geeigneten Niobnitrides wie  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$  oder  $\delta\text{-NbN}$  zu finden, wurden einige Proben im Ofen hergestellt und anschließend Materialwissenschaftlichen Untersuchungen unterzogen. Es standen Proben von  $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$  und  $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$  (s. Abb. 6.1.2) zur Verfügung. Die Proben wurden vom Hersteller einer chemischen Behandlung (BCP) zur Abtragung einer Oberflächenschicht von  $150\text{ }\mu\text{m}$  unterzogen, wie sie für supraleitenden Kavitäten üblich ist. Dies sollte sicherstellen, dass der anhand der Proben ermittelte Ausheizprozess auf Kavitäten übertragbar ist. Die bei den Kavitäten zusätzlichen, mechanischen Verarbeitungsschritte sorgen für eine Änderung des Materialgefüges. Die chemischen Behandlungen stellen den letzten Schritt dar, sodass die Oberfläche der Kavitäten bezüglich des Nitrierungsprozesses ähnliche Eigenschaften wie diejenige der Proben aufweisen sollte.



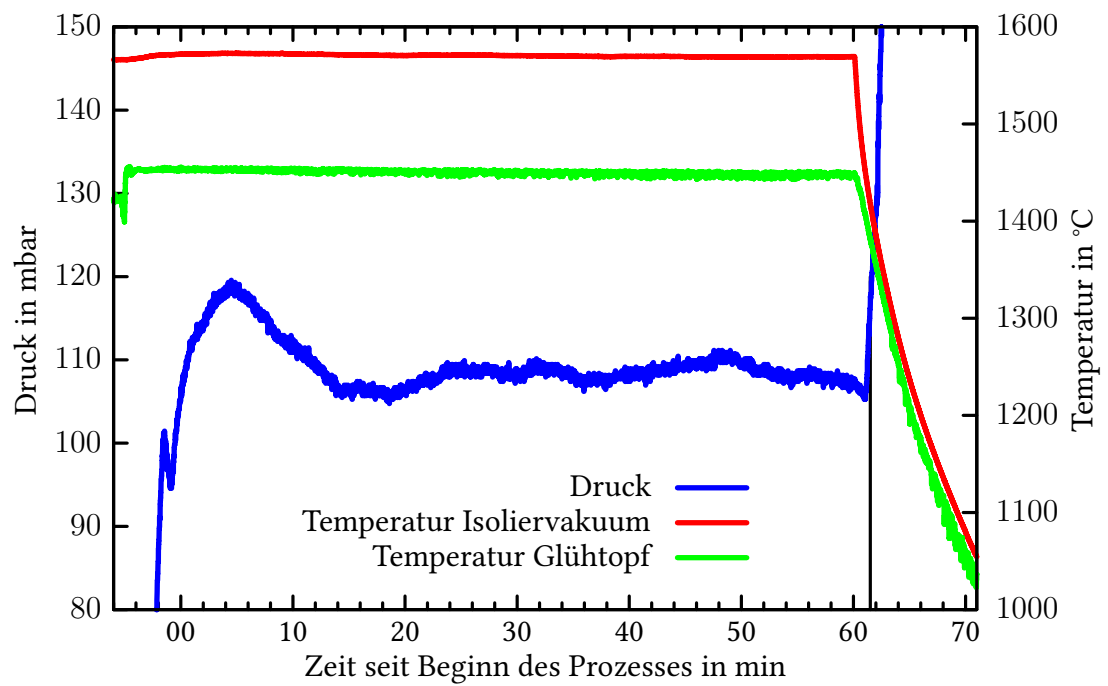
**Abb. 6.1.2.:**  $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$  Niob-Probe nach einer Behandlung im Ofen.

Ein Nitrierungsprozess beginnt mit dem Aufheizen des UHV Ofens nach Einbringen einer Probe. Der Strom des Netzgerätes wird dazu in kleinen Schritten erhöht, um mechanischen Stress und zu hohe Ausgasraten zu vermeiden. In Abb. 6.1.3 ist die Temperatur und der Druck im Glühtopf eines solchen, üblicherweise mehrtägigen, Aufheizprozesses gezeigt. Durch vorangegangene Nitrierungen wird der Druck bei Temperaturen oberhalb von  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  höher, da die Oberflächen des Niob-Glühtopfes ausgasen. Nach erfolgreichem Aufheizen werden die Ventile zu den Pumpen des Glühtopfvakuums geschlossen. Über ein Dosierventil kann dann Stickstoff aus der flüssigen Phase in einem Stickstoff-Dewar in den Glühtopf des Ofens eingelassen werden. Dieser Prozess wurde anfänglich mit sehr niedrigen Drücken  $< 1\text{ mbar}$  durchgeführt, und zuletzt bis auf über  $100\text{ mbar}$  erhöht. Der Druck im Glühtopf wird während des Ausheizprozesses per Hand über das Dosierventil gesteuert. In Abb. 6.1.4 ist die Temperatur am und im Glühtopf und der Druck im Glühtopf eines solchen Ausheizprozesses exemplarisch dargestellt.



**Abb. 6.1.3.:** Druck (blau) und mittlere Temperatur (rot) am Glühtopf und Temperatur im Glühtopf (grün) während eines 11-tägigen Aufheizprozesses auf eine Temperatur von 1400 °C. Der Zeitpunkt, ab dem ein erhöhtes Ausgasen von Stickstoff stattfindet, ist markiert.





**Abb. 6.1.4.:** Temperatur am und Druck im Glühtopf während eines 1-Stündigen Nitrierungsprozesses unter Stickstoffatmosphäre. Am Ende (vertikaler Strich) dieses Nitrierungsprozesses wurde der Glühtopf belüftet.

## 6.2. Analyse der unter Stickstoffatmosphäre ausgeheizten Proben

Die im Ofen unter Stickstoffatmosphäre ausgeheizten Niob-Proben wurden verschiedenen materialanalytischen Untersuchungen durch Dr. M. Major und Dr. S. Flege am Fachgebiet Dünne Schichten der Materialwissenschaft, TU Darmstadt, unterzogen, um die Zusammensetzung und Kristallstruktur bestimmen zu können. Die zur Anwendung gekommenen Untersuchungsmethoden sind in Kap. 4.3 beschrieben worden. Einige Proben wurden der Sekundärionenmassen-Spektrometrie unterzogen, die Aufschluss über eventuelle Verunreinigungen während des Ausheizprozesses, z.B. durch Sauerstoff oder Kohlenstoff, geben sollte. Die Bestimmung der erzeugten Nitridphase erfolgt über eine Röntgenstreuungsmessung.

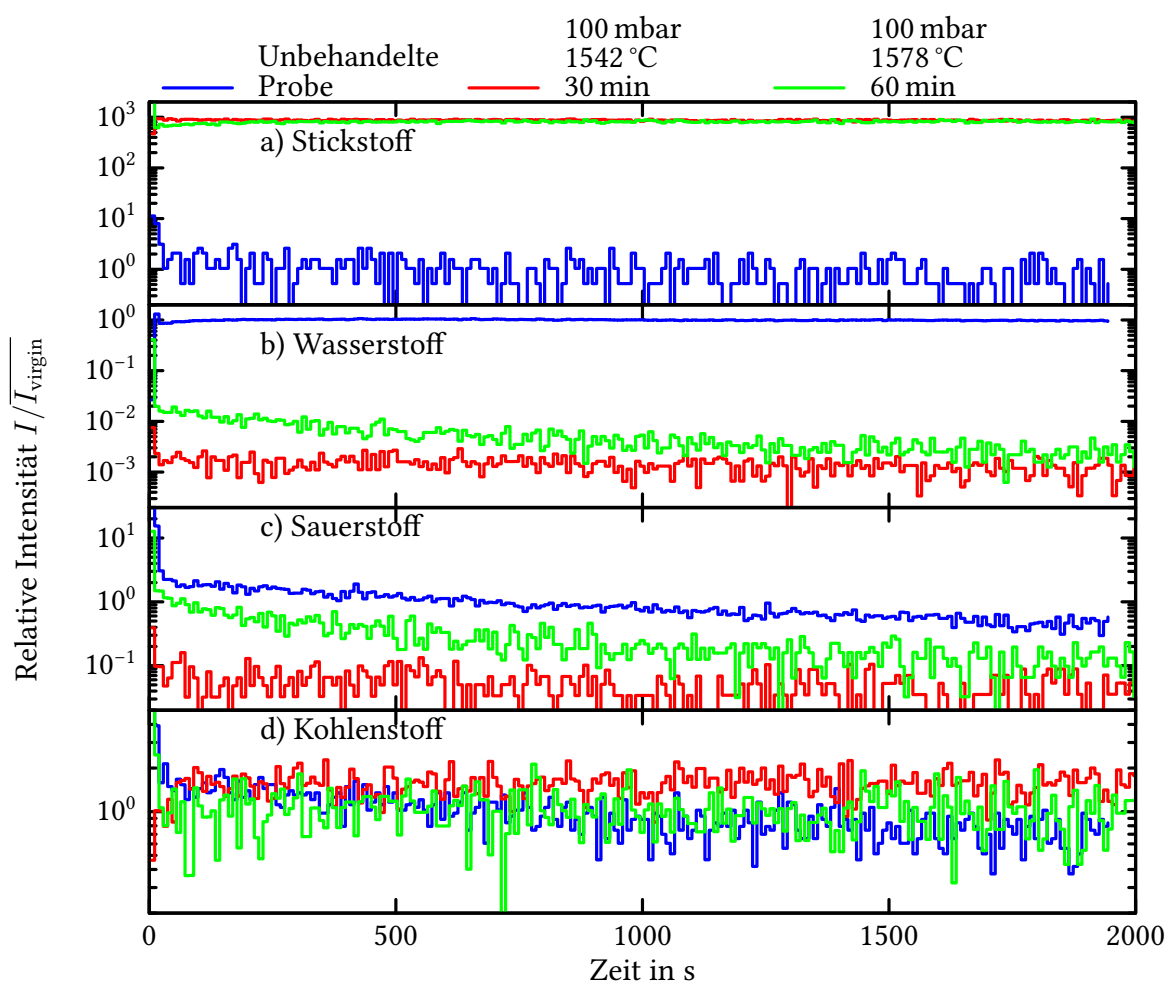
### 6.2.1. Verunreinigungen und Zusammensetzung der Proben

Ein Tiefenprofil der Zusammensetzung der unter Stickstoffatmosphäre ausgeheizten Niobproben wurde, wie in Abs. 4.3.2 erläutert, erstellt. Der verwendete Probenhalter des SIMS erlaubt es, mehrere Proben aufzunehmen. Es wurde immer eine ausgeheizte Probe zusammen mit einer unbehandelten Probe vermessen. Als Primärionenstrahl standen entweder Sauerstoffionen oder Cäsiumionen zur Verfügung. Die je nach Primärionenstrahl gemessenen Sekundärionen sind in Tab. 6.2.1 aufgeführt. Cäsiumionen haben den Vorteil, auch den Sauerstoffgehalt der Proben bestimmen zu können. Für die hier dargestellten Messungen wurde daher auf einen Primärstrahl aus Cäsiumionen zurückgegriffen.

In Abb. 6.2.1a ist zu erkennen, dass der Stickstoffgehalt der dargestellten Proben deutlich um ca. das 1000-fache angestiegen ist. Dagegen ist der Wasserstoffgehalt nicht angestiegen, sondern hat, wie zu erwarten abgenommen (s. Abb. 6.2.1b). Am nicht angestiegenem Sauerstoffgehalt in Abb. 6.2.1c ist zu erkennen, dass keine Kontamination mit Luft stattgefunden hat. Dies wird bestätigt durch einen Aufheizvorgang mit zugeschaltetem Massenspektrometer, dass keine erhöhten Ausgasraten von Sauerstoff im Glühtopfvakuum zeigte. Der Kohlenstoffgehalt blieb unverändert. Die Ergebnisse für weitere mit SIMS vermessene Proben sind sehr ähnlich zu den hier dargestellten Ergebnissen und geben keinen weiteren Aufschluss über die erzeugten Phasen.

**Tab. 6.2.1.:** Gemessene Elemente abhängig vom verwendeten Primärstrahl.

Primärstrahl	Elemente					
Cäsium	$^1\text{H}$	$^{12}\text{C}$	$^{14}\text{N}$	$^{16}\text{O}$	$^{93}\text{Nb}$	$^{133}\text{Cs}$
Sauerstoff	$^1\text{H}$	$^{12}\text{C}$	$^{14}\text{N}$	$^{16}\text{O}$	$^{18}\text{O}$	$^{93}\text{Nb}$



**Abb. 6.2.1.:** Sekundärionenmassenspektrometrie zweier unter Stickstoffatmosphäre behandelter Proben im Vergleich zu einer unbehandelten Probe. Alle drei Proben waren zeitgleich in der Messapparatur, um eventuelle Einflüsse durch den Wechsel der Proben zu vermeiden. Die Messungen der behandelten Proben sind relativ zum Mittelwert der Messung der unbehandelten Probe dargestellt.

### 6.2.2. Optimierung der Nitridphase

Für die Bestimmung der Nitridphase kam die in Kap. 4.3 angesprochene Röntgenstreuungsmethode zum Einsatz. Die Röntgenbeugungsmessungen in dieser Arbeit fanden an festen Proben statt. Dies erschwert eine Aussage bezüglich der tatsächlichen Zusammensetzung der Oberfläche, da nur Kristallite mit der richtigen Orientierung bezüglich der Röntgenquelle und -detektor zur Intensität beitragen. Kristallite einer anderen Phase, die eine abweichende Orientierung aufweisen können, tragen nicht oder mit reduzierter Intensität zum Diffraktogramm bei. Durch den eingestellten Linienfokus von  $0,4 \times 8 \text{ mm}$  wurde die gesamte Breite der Probe ausgenutzt. Die Änderung des Winkels  $2\theta$  ändert die Orientierung und Eindringtiefe der Röntgenstrahlung bezüglich der Oberfläche. Dies beeinflusst die Winkelabhängigkeit der Intensitäten. Um sowohl Positionen als auch Intensitäten der Beugungsreflexe mit analytisch berechneten (z. B. mit Hilfe von Computersoftware [80]) zu vergleichen, müssen daher Pulverdiffraktometrien angefertigt werden. Die hier vorgestellten Röntgenbeugungsmessungen an festen Proben erlauben einen Vergleich der gemessenen Winkel mit analytisch bestimmten Winkeln der Nitridphasen.

In Abb. 6.2.2 sind die beobachteten Glanzwinkel für einige unterschiedlich ausgeheizte Proben dargestellt. An diesem Vergleich ist zu erkennen, dass bei Temperaturen von (1542–1578) °C vor allem die Dauer des Nitrierungsprozesses für die Entstehung einer reinen Phase wichtig ist. So handelt es sich bei einer für 2 min nitrierten Probe um eine reine  $\beta$ -Phase des Niobnitrides. Durch schrittweise Erhöhung der Dauer entsteht zusätzlich die  $\gamma$ -Phase des Niobnitrides, bis bei einer Ausheizdauer von 60 min die  $\beta$ -Phase nicht mehr nachweisbar ist. Dies lässt sich gut mit dem Wachsen der obersten  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Schicht durch die längere Nitrierungsdauer erklären (s. Abs. 4.2).

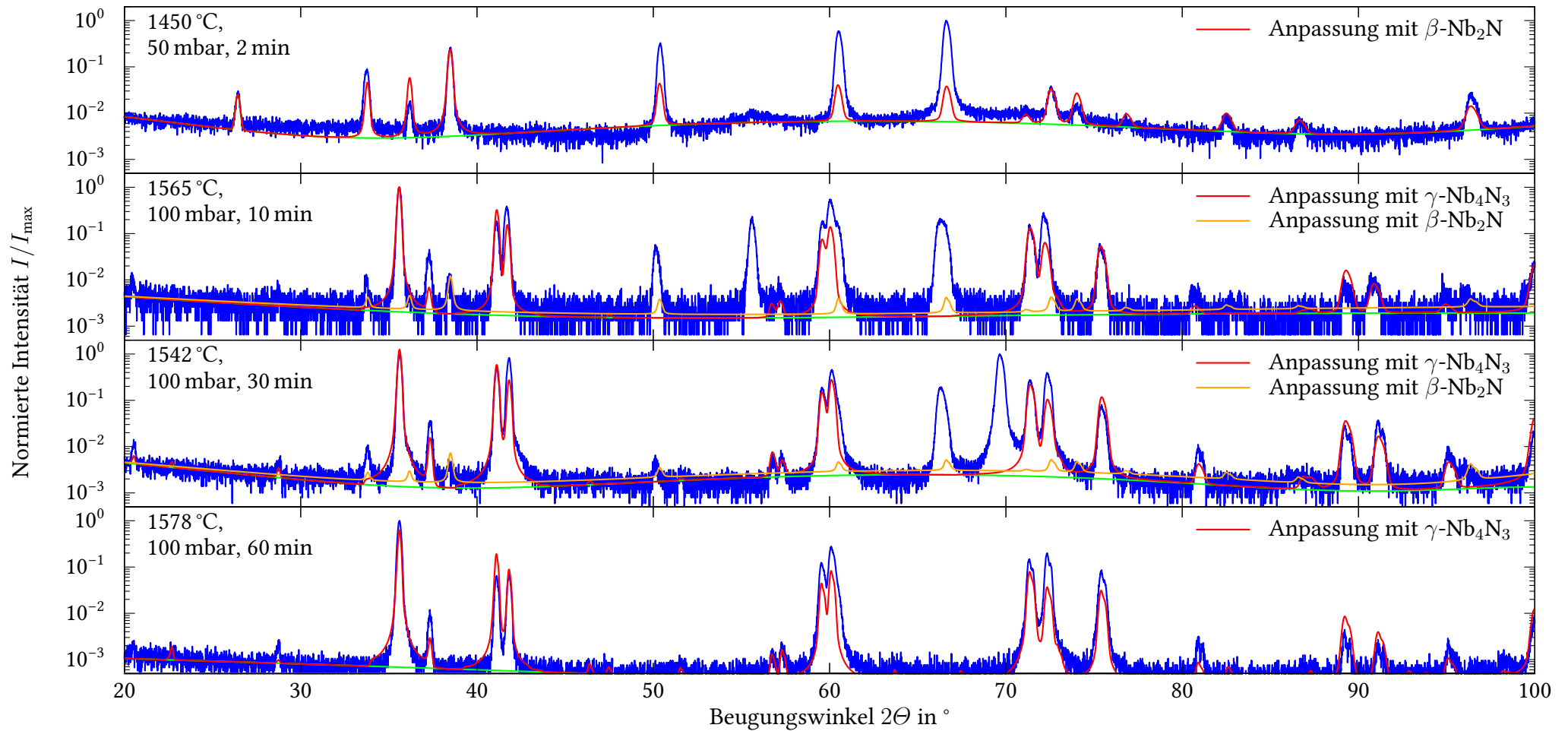
Für den Stickstoffdruck ergab sich eine technische Einschränkung. So beträgt das Isoliervakuum während des Nitrierungsprozesses mit 100 mbar bereits  $1 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ , eine weitere Erhöhung kann einen Ausfall des Pumpensystems des Isoliervakuum zur Folge haben.

Nach dem Ausheizprozess unter Stickstoffatmosphäre wurden verschiedene Abschaltprozeduren untersucht:

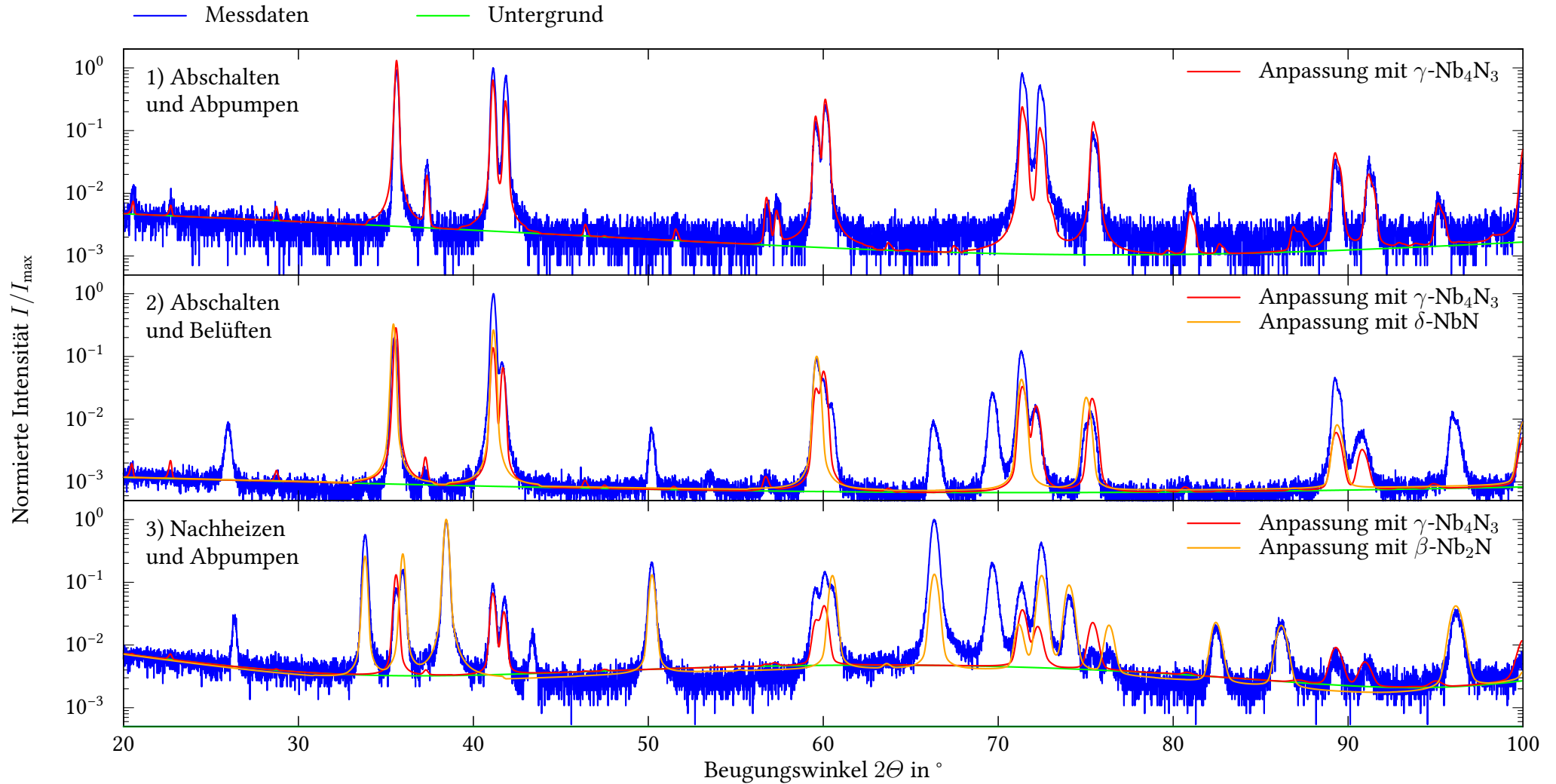
1. zeitgleiches Abschalten des Heizstromes und Evakuieren des Glühtopfes.
2. zeitgleiches Abschalten des Heizstromes und Belüften des Glühtopfes.
3. verzögertes Abschalten nach Evakuieren des Glühtopfes.

Die Röntgendiffraktometrien der hergestellten Proben sind in Abb. 6.2.3 dargestellt. Die Positionen der gemessenen Beugungswinkel der Probe, die mit Prozedur 1 hergestellt wurde, lässt sich sehr gut mit einer reinen  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub> Phase erklären. Die durch

Prozedur 2 entstehende Phase ist eine Mischphase aus  $\delta$ -NbN und  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>. Allerdings sind einige Beugungsreflexe durch diese Mischphase nicht zu erklären. Bei Prozedur 3 ist die entstehende  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub> Schicht dünner als bei Prozedur 1 und die darunter liegende  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N-Phase wird sichtbar. Durch diese Untersuchungen an den hergestellten Proben wurde Prozedur 1 als am geeignetsten eingestuft, da die reinste Phase mit höchster Stickstoffkonzentration (vgl. Abb. 4.2.1) nachweisbar ist, die auch gute Supraleitende Eigenschaften aufweist (s. Tab. 3.5.1). Aufgrund der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung von mindestens 2,7  $\mu$ m (vgl. Abs. 4.3.1) im Vergleich zur Eindringtiefe des Magnetfeldes von bis zu 186 nm sollte die durch Prozedur 1 entstehende  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Schicht in jedem Falle ausreichend dick sein.



**Abb. 6.2.2.:** Vergleich der Röntgendiffraktometrien von verschiedenen Ausheiztemperaturen und Drücken. Dargestellt sind in blau die Messdaten, in grün der Untergrund, und in rot eine Anpassung von Niobnitrid-Phasen, die die aufgetretenen Beugungsreflexe gut erklären. Bei a) stimmen die Positionen sehr gut mit der  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase überein. Mit steigender Temperatur und Dauer geht die  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase in eine  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase über. Bei b) und c) sind Beugungsreflexe an Positionen der  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Reflexe zu sehen.



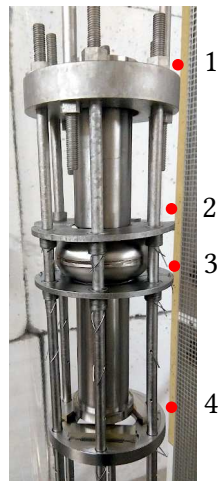
**Abb. 6.2.3.:** Vergleich der Röntgendiffraktometrien von verschiedenen Abschaltprozeduren. Dargestellt sind in blau die Messdaten, in grün der Untergrund, und in rot eine Anpassung von Niobnitrid-Phasen, die die aufgetretenen Beugungsreflexe gut erklären. Bei Abschaltprozedur 2) und 3) sind einige Beugungsreflexe nicht mit den Nitridphasen zu erklären, diese wurden dem Untergrund hinzugefügt. Für die Anpassung wurde MAUD [80] verwendet.

### 6.3. Nitrierung einer einzelligen Kavität

Die im vorherigen Abschnitt durchgeführte Optimierung der Nitridphase zeigte einen vielversprechenden Prozess mit

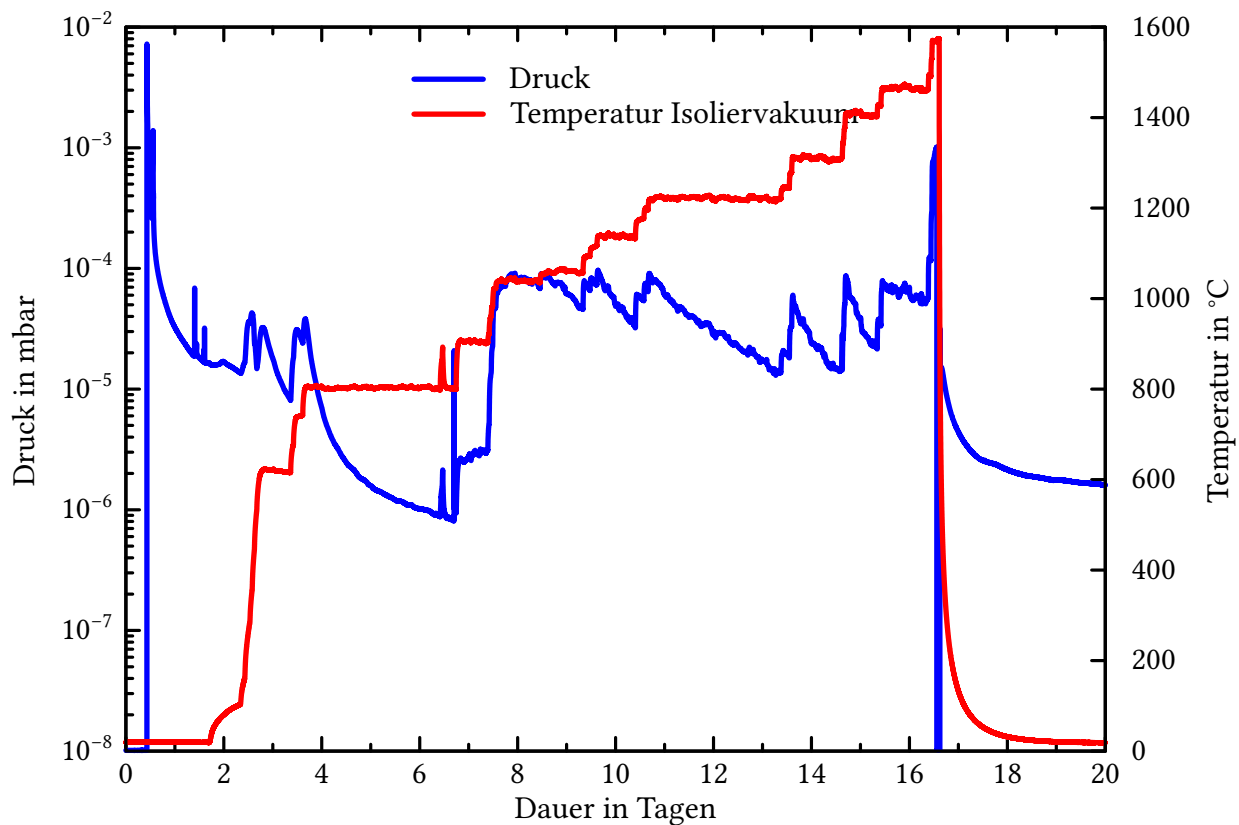
- einer Temperatur von (1542–1578) °C im Isoliervakuum
- einem Stickstoffdruck von 100 mbar
- für eine Dauer von 60 min
- und Abpumpen des Glühtopfes bei gleichzeitigem Abschalten des Heizstromes (Prozedur 1).

Diese Vorgehensweise soll eine  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase auf der Oberfläche der Kavität entstehen lassen. Die Kavität 3MC69 wurde nach einer erfolgreichen Vermessung im vertikalen Badkryostaten einer Behandlung nach diesem Rezept unterzogen. In Abb. 6.3.1 ist die Kavität eingebaut in die Haltevorrichtung des Ofens gezeigt. Zusätzlich war auf jedem Ring je eine Niob Probe platziert, insgesamt vier Stück. Im Anschluss wurde die Kavität in den Ofen eingebracht und der Aufheizvorgang des Ofens wurde gestartet. Der Aufheizvorgang auf eine Temperatur von 1570 °C ist in Abb. 6.3.2 dargestellt. Der anschließende Nitrierungsprozess fand für eine Stunde bei einer Temperatur von (1572–1575) °C bei einem Stickstoffdruck von (98,7–103,6) mbar statt (s. Abb. 6.3.3). Diese Parameter bewegen sich im Rahmen der Einstellgenauigkeit des Druckes und der normalen Schwankung der Temperatur vom Ofen.

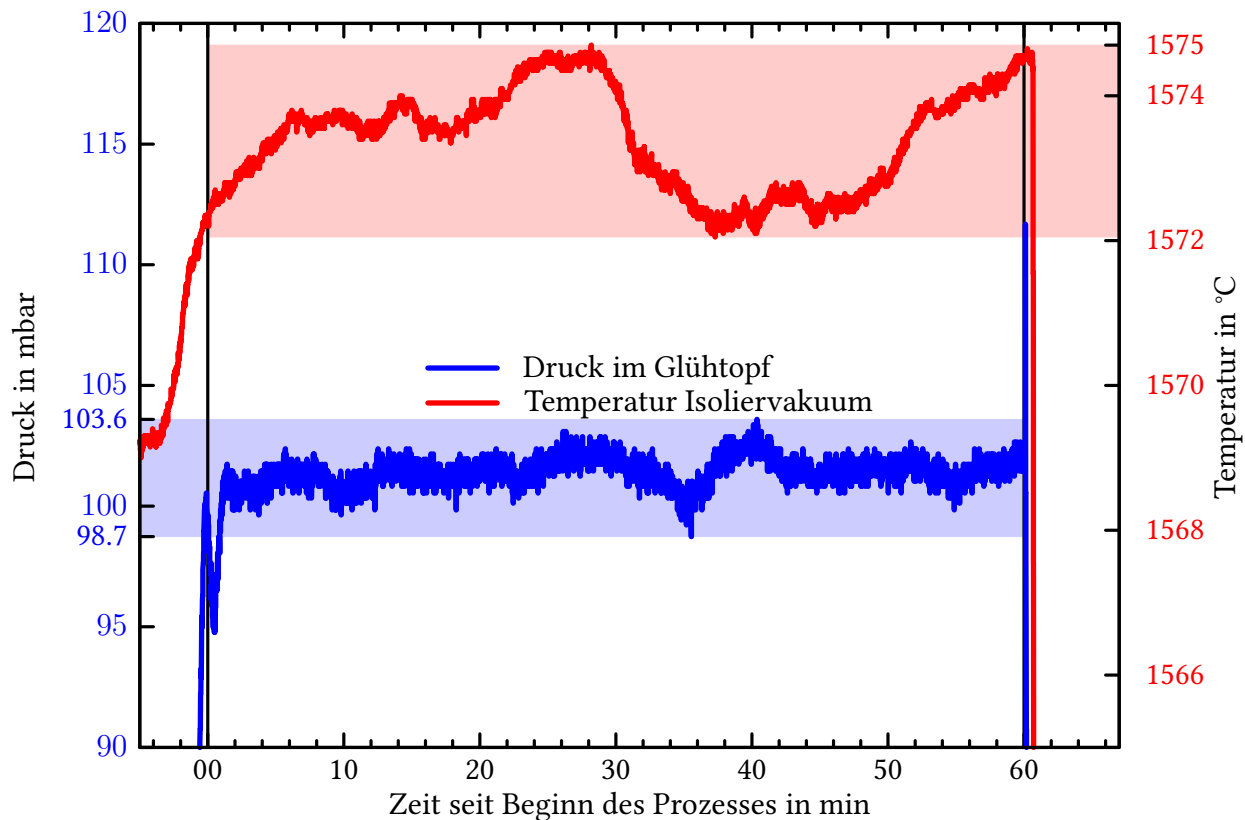


**Abb. 6.3.1.:** Einzellige Kavität 3MC69 in der Aufhängung des UHV Ofens. An den mit roten Punkten markierten Positionen befinden sich Niob-Proben.



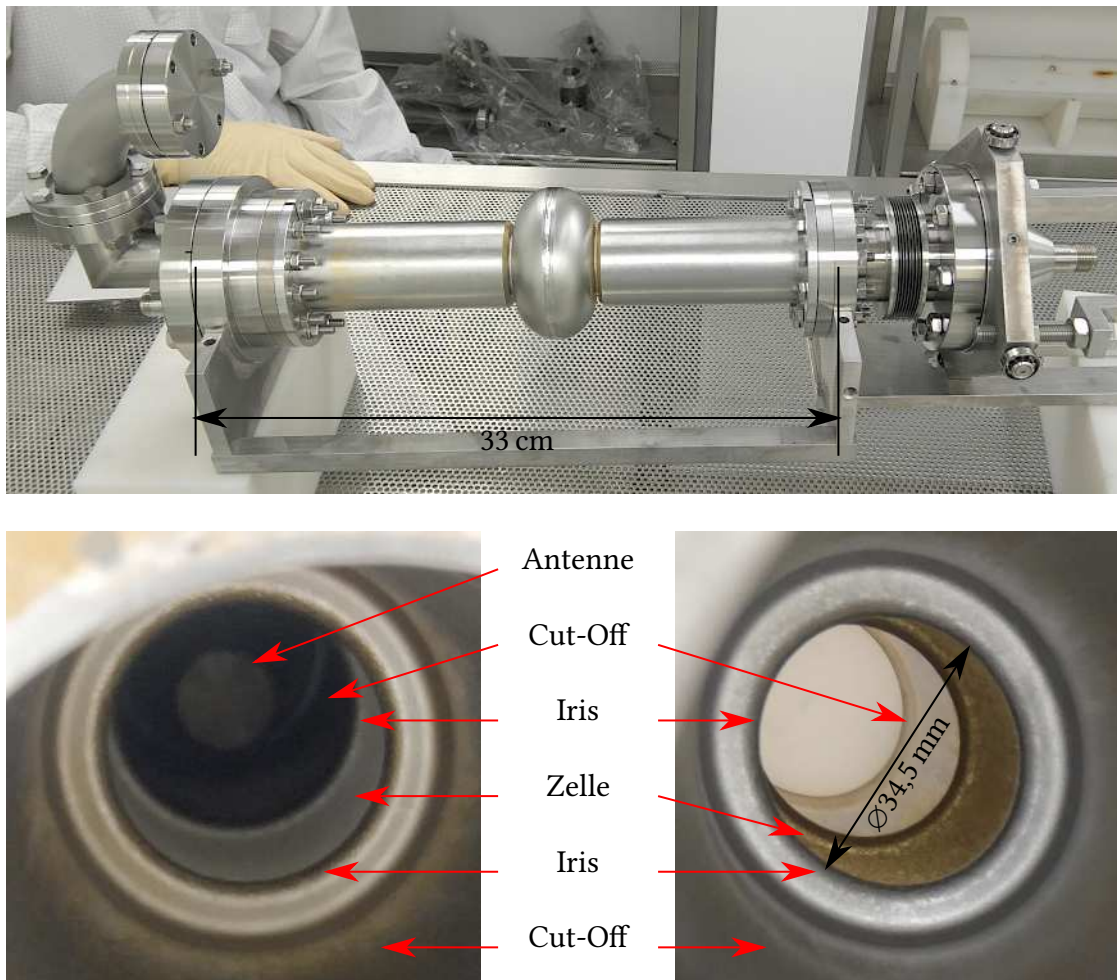


**Abb. 6.3.2.:** Druck im Glühtopf und Temperatur im Isoliervakuum während des Aufheizvorganges vom UHV Ofen auf die für den Nitrierungsprozess der Kavität notwendige Temperatur, während dem Nitrierungsprozess und nach dem Abschalten des Ofens.



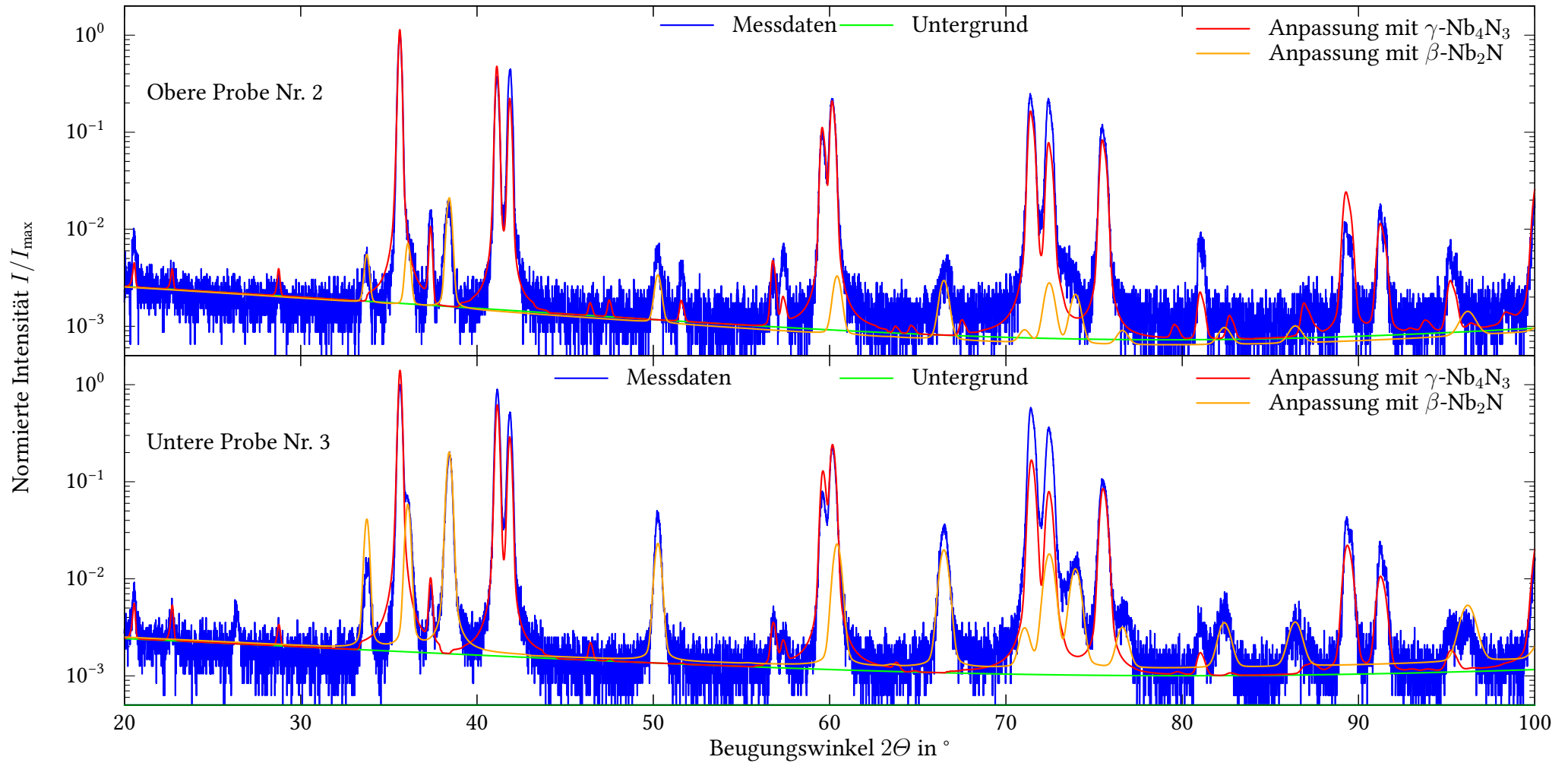
**Abb. 6.3.3.:** Druck im Glühtopf und Temperatur im Isoliervakuum vom UHV Ofen während des ein-stündigen Nitrierungsprozesses der Kavität. Zusätzlich sind die Schwankungsbreiten des Druckes und der Temperatur angegeben.

Nach der Behandlung im UHV-Ofen wurde die Kavität im Reinraum für die Montage der variablen Einkopplung vorbereitet. Wie in Abb. 6.3.4 dargestellt, sind einige Verfärbungen an der Kavität zu erkennen, die jedoch keinen Hinweis auf die erzeugte Nitridphase geben. Die Flansche der Cut-Off Rohre weisen eine deutlich raue Oberfläche auf, daher ist ein heliumdichtes Abdichten des Ein- und Auskopplers nicht möglich ohne eine mechanische Bearbeitung und anschließende Reinigung der Kavität. Diese Schritte sind teilweise nur außerhalb der TU Darmstadt möglich und konnten daher im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden.



**Abb. 6.3.4.:** Kavität 3MC69 nach der Behandlung im Ofen während der Reinraummontage der variablen Einkopplung (oben). Ein Blick in die geöffnete Cut-Off Rohre der Kavität (unten) zeigt unterschiedliche Verfärbungen der Oberfläche der Zelle. Bei Blickrichtung von oben bezüglich der Einbaulage im UHV Ofen (links) zeigt die Zelle eine Graufärbung wie reines Niob. Bei Blickrichtung von unten (rechts) ist die Zelle goldfarben.

Die Röntgenbeugungsmessung der Proben, die sich während des Nitrierungsprozesses direkt über bzw. unter der Zelle befunden haben (s. Abb. 6.3.1), ist in Abb. 6.3.5 gezeigt. Die Diffraktogramme weisen deutliche Maxima für die Winkel der  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Phase des Niobnitrides auf. Weitere Maxima mit niedrigerer Intensität deuten auf eine  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N Phase hin, die sich in größeren Eindringtiefen bei geringeren Stickstoffkonzentrationen ausbildet (s. Abs. 4.2). Aufgrund der deutlich größeren Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in die Oberfläche der Proben von (2,7–9)  $\mu\text{m}$  im Vergleich zur Eindringtiefe des Magnetfeldes von bis zu 186 nm ist trotz der Existenz der  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N-Phase von einem erfolgreichen Nitrierungsprozess auszugehen.



**Abb. 6.3.5.:** Röntgendiffraktogramm der Proben an der Zelle der Kavität die zeitgleich im Ofen ausgeheizt wurden. Die Maxima im Diffraktogramm lassen sich gut mit der  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase erklären. Zusätzliche Maxima mit geringerer Intensität deuten auf eine  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase hin, die in größeren Eindringtiefen gebildet wird.



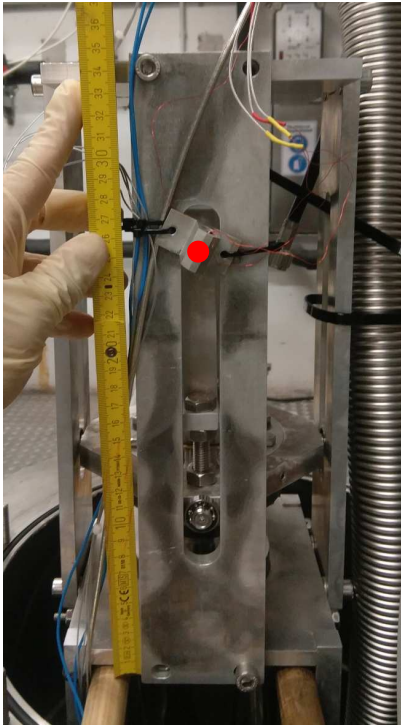
## **7. Hochfrequenzmessungen an unbehandelten und behandelten einzelligen Kavitäten bei tiefkalten Temperaturen**

Um die für den Betrieb von von supraleitenden Hochfrequenzresonatoren sehr wichtigen Größen Güte und Beschleunigungsfeld zu bestimmen, werden Kavitäten einer Messung im vertikalen Badkryostaten unterzogen. Die im Kapitel 5.2 vorgestellte variable Einkopplung erlaubt die Messung mit kleinen Unsicherheiten durch eine Abfallszeitmessung nach Kap. 3.4. Während des Abkühlvorganges im Kryostaten ist es möglich, die Sprungtemperatur der Kavität zu bestimmen.

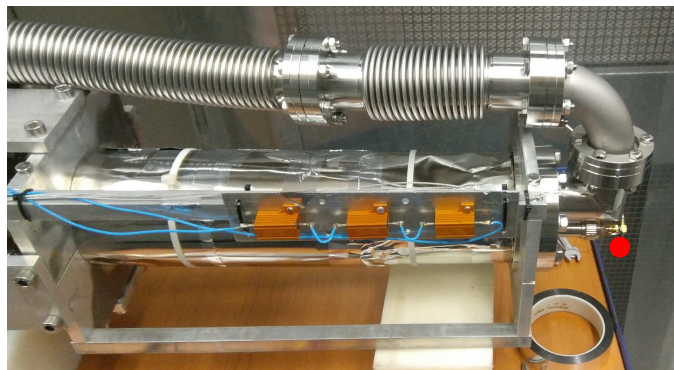
Dieser Abschnitt behandelt die Messung der Sprungtemperatur anhand einer Niob-Kavität und anschließend die Gütemessung einer Niob-Kavität. Abschließend wird auf die Messung einer im Ofen nitrierten Kavität eingegangen.

## 7.1. Temperaturmessung im vertikalen Badkryostaten

Für den Betrieb des Kryostaten ist der Einbau weiterer Sensoren an die Komponenten des neu Aufgebauten Einsatzes nötig. Dazu gehören zwei Temperatursensoren, eine Heliumniveausonde. In Abb. 7.1.1 sind die Positionen der Temperatursensoren relativ zum Äquator der Zelle einer einzelligen Kavität angegeben.



(a) Oberer Teil des Kryostateinsatzes. Der rot markierte obere Temperatursensor befindet sich ca. 41 cm oberhalb des Äquators der Zelle der Kavität.



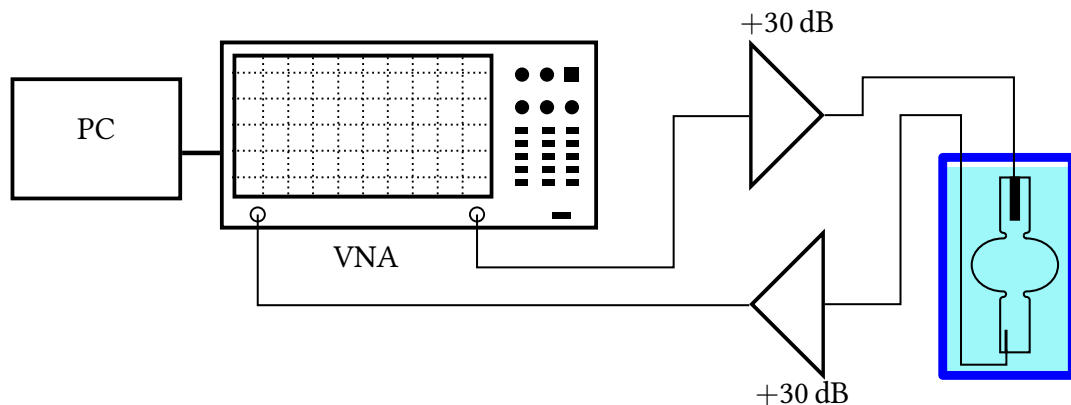
(b) Halterahmen des Einzellers mit Einkoppelantenne (links) und Auskoppler (rechts). Der Einzeller ist in Metallfolie zur magnetischen Abschirmung gewickelt. Der untere Temperatursensor befindet sich am tiefsten Punkt (rot) des Einsatzes. Der Abstand zum Äquator der Zelle beträgt ca. 27 cm.

**Abb. 7.1.1.:** Oberer (links) und unterer (rechts) Teil des neuen Einsatzes für den vertikalen Badkryostaten. Auf beiden Abbildungen ist der CF40 Wellschlauch zum Pumpen des Vakuums in der Kavität zu sehen.

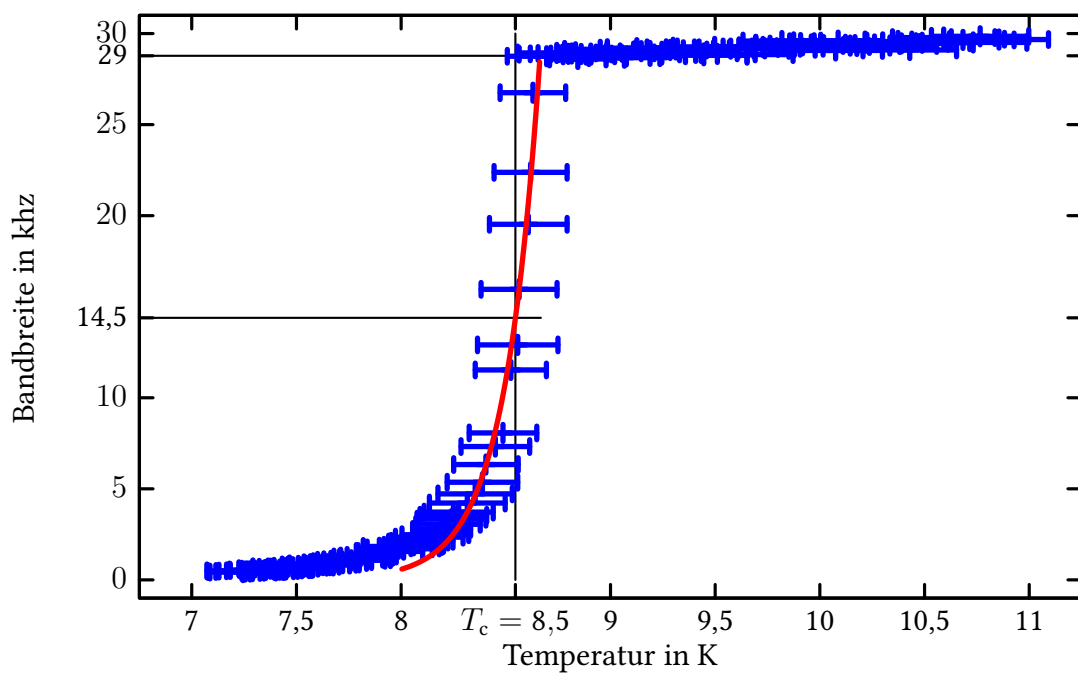
## 7.2. Messung der Sprungtemperatur einer einzelligen Kavität

Durch einen mit der Kavität verbundenen vektoriellen Netzwerkanalysator (VNA) konnte während des gesamten Abkühlvorganges die Resonanzbreite der Kavität 3MC12 und die Temperatur an der Kavität mitgeschrieben werden. Der Aufbau ist in Abb. 7.2.1 dargestellt. Während des gesamten Abkühlvorganges ändert sich sowohl die Resonanzfrequenz um 1 MHz, als auch die Resonanzbreite von einigen 100 kHz auf wenige Hz. Um die Resonanzbreitenänderung mit ausreichender Geschwindigkeit und Genauigkeit erfassen zu können, ist es erforderlich den Frequenzbereich des VNA ständig anzupassen. Diese Aufgabe übernimmt ein in Python geschriebenes Skript [94], dass bei Unterschreiten einstellbarer Schwellwerte den Frequenzbereich des VNA ändert. Die Temperatur wird als Mittelwert zweier Temperatursensoren unterhalb und oberhalb der Kavität erfasst (s. Abb. 7.1.1). Da die Resonanzbreite bei unterschreiten der kritischen Temperatur von Niob einen Sprung aufweist, kann so die kritische Temperatur  $T_c$  ermittelt werden. In Abb. 7.2.2 ist die Resonanzbreite über der mittleren Temperatur der Temperatursensoren an der Kavität aufgetragen. Ein deutlicher Sprung ist bei Temperaturen unterhalb 9 K zu erkennen. Als Sprungtemperatur wurde diejenige Temperatur definiert, bei der die Resonanzbreite auf die Hälfte des Wertes gefallen ist, den sie kurz vor dem Sprung angenommen hat. Aus dem in Abb. 7.2.2 dargestellten Messdaten lässt sich so eine Sprungtemperatur von  $T_c = (8,5 \pm 0,2)$  K ablesen. Um zwischen den Datenpunkten zu interpolieren wurde eine exponentielle Funktion an die Daten zwischen (8–8,67) K angepasst. Die Sprungtemperatur ist niedriger, als die bei Niob zu erwartende Sprungtemperatur von  $T_c = 9,25$  K. Die Kavität wird zum Zeitpunkt der Unterschreitung der Sprungtemperatur nur durch gasförmiges Helium gekühlt und es ist möglich, dass die Temperatursensoren zum Zeitpunkt des Unterschreitens der Sprungtemperatur bereits kälter waren, als die Innenflächen der Kavität. Diese Art der Messung der Sprungtemperatur soll qualitative Vergleiche zwischen Niob- und Niobnitrid Kavitäten ermöglichen und stellt bei höherer gemessener Sprungtemperatur als 9,25 K einen Indikator für eine erfolgreiche Behandlung der Kavität im Ofen dar.





**Abb. 7.2.1.:** Aufbau zur Bestimmung der Sprungtemperatur. Aufgrund der niedrigen Transmission von  $< -90$  dB der Kavität bei Temperaturen oberhalb der Sprungtemperatur  $T_c$  müssen die vor und zurück laufenden Signale verstärkt werden. Auf dem PC läuft ein Python-Skript zur Nachverfolgung der Resonanz, das gleichzeitig die Temperaturdaten aufnimmt.



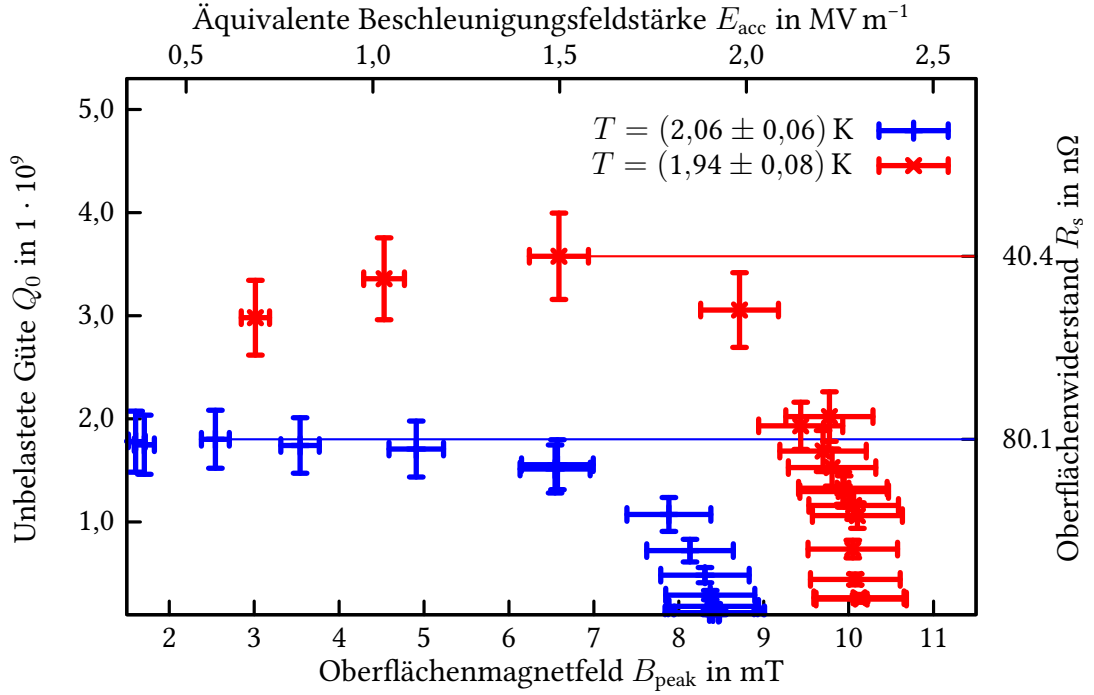
**Abb. 7.2.2.:** Bandbreite der einzelligen Kavität 3MC12 über der mittleren Temperatur an der Kavität. Die Sprungtemperatur ist als Knick bei 8,5 K erkennbar. In rot die zwischen (8–8,67) K angepasste exponentielle Funktion.

### 7.3. Gütemessung an einer unbehandelten einzelligen Kavität

Die in den vorherigen Abschnitten dieses Kapitels behandelten Grundlagen zur Gütemessung wurden auf einzellige Kavitäten im vertikalen Badkryostaten angewendet. Unter Ausnutzung der Gleichungen im Abs. A im Anhang und der Simulationsergebnisse der Kavitäten in Kap. 5.1 lässt sich die Güte über dem maximalen in die Oberfläche eindringendem Magnetfeld  $B_{\text{peak}}$  darstellen. Für die Kavität 3MC69 wurde eine entsprechende Messung mit der im Rahmen dieser Arbeit für Gütemessungen entwickelten Software pyDMCT[95] für zwei Temperaturen bei  $(1,94 \pm 0,08)$  K und  $(2,06 \pm 0,06)$  K ausgewertet. Die Werte der Temperaturmessung während den Gütemessungen sind in Tab. 7.3.1 zusammengefasst. An der Schwankungsbreite der Temperatur des unteren Sensors von  $< 0,3 \%$  lässt sich die sehr gute erreichte Temperaturstabilität während der Messung erkennen. Der zu erwartende Dampfdruck bei den Temperaturen entspricht gut dem gemessenen Druck, wobei das verwendete Manometer einen Messfehler von ca. 10 % aufweist. Die Ergebnisse der Gütemessungen sind in Abb. 7.3.1 dargestellt.

**Tab. 7.3.1.:** Gemessene Temperatur, gemessener Kryostatdruck und zu erwartender Dampfdruck von Helium (aus [96]). Aufgrund der Auflösung der gespeicherten Daten lässt sich für die obere Temperatur kein exakter, fehlerbehafteter Wert angeben. Die Unsicherheit der unteren Temperaturmessung gibt die Temperaturschwankungen während der Gütemessung im Kryostaten wieder. Die Positionen der Temperatursensoren sind in Abb. 7.1.1 dargestellt.

	Temperatur in K		berechneter in mbar	gemessener in mbar
	Dampfdruck oben	Druck unten Mittel		
2,02	$1,862 \pm 0,005$	$(1,94 \pm 0,08)$ K	34	$33 \pm 3$
2,11	$2,003 \pm 0,002$	$(2,06 \pm 0,06)$ K	45	$50 \pm 5$

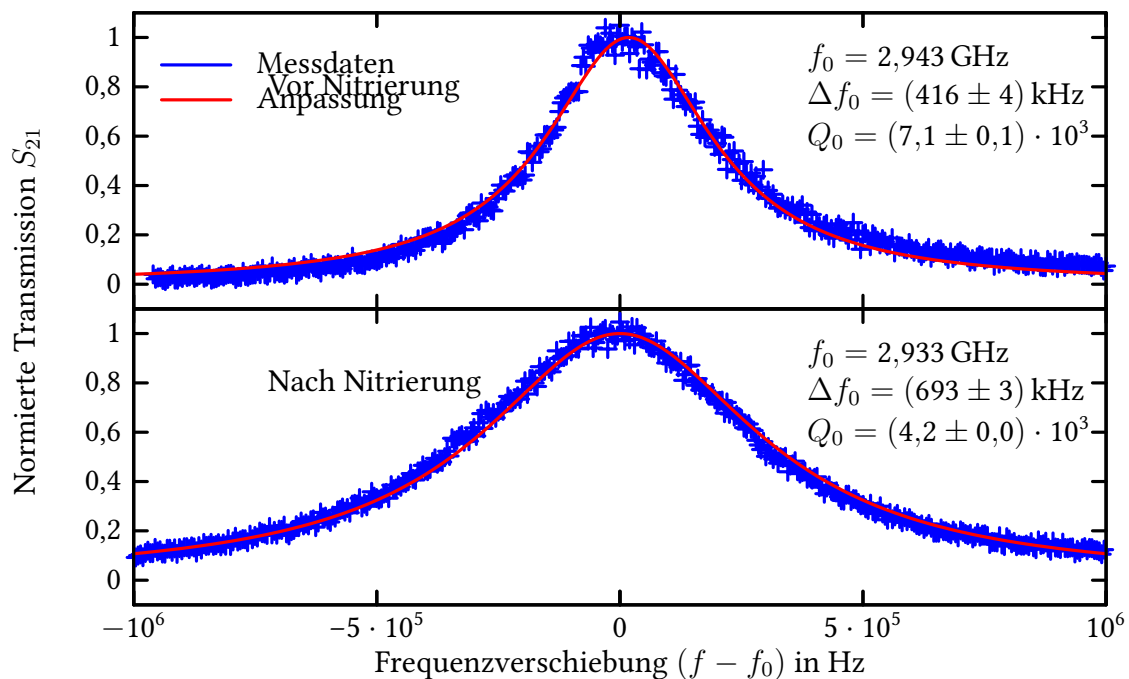


**Abb. 7.3.1.:** Güte  $Q_0$  über dem maximalen in die Oberfläche eindringenden Magnetfeld  $B_{\text{peak}}$  der Kavität 3MC69. Für die bessere Vergleichbarkeit mit 20-zelligen Kavitäten ist außerdem eine äquivalente Beschleunigungsfeldstärke für Elektronen mit  $v = c$  angegeben. Aus Gl. (3.2.1) lässt sich der Oberflächenwiderstand  $R_s$  aus der Güte  $Q_0$  berechnen.

Die Messung bei  $(2,06 \pm 0,06)$  K zeigt eine hohe Güte von  $(1,80 \pm 0,28) \cdot 10^9$  bei niedrigen Feldstärken bis ca.  $B_{\text{peak}} = 6$  mT. Ab hier ist der Einfluss der Feldemission auf die unbelastete Güte deutlich zu erkennen. Bei einer Temperatur von  $(1,94 \pm 0,08)$  K wird die maximale unbelastete Güte von  $Q_0 = (3,58 \pm 0,42) \cdot 10^9$  erst bei einer Feldstärke von  $E_{\text{acc}} = (1,50 \pm 0,08)$  MV m<sup>-1</sup> erreicht. Das theoretische Feld, bei dem die Supraleitung bei reinem Niob quencht, liegt bei einer Temperatur von 2 K nach Abs. 3.1 nahe an kritischen Feld  $H_c = H_{\text{sh}} \approx 240$  mT bei 0 K. Dieses kritische Feld ist deutlich größer als das hier bestimmte Feld von 10 mT, bei dem die Kavität quencht. Die maximal erreichbaren Feldstärken werden für die Kavitäten des S-DALINAC also nicht durch die Materialwahl eingeschränkt, sondern unter anderem durch geometrisch begünstigte Feldemissionen an der Iris oder Multipacting [39].

## 7.4. Messungen an der behandelten Kavität

Die Kavität 3MC69 wurde einer Behandlung nach Abs. 6.3 im Ofen unterzogen. Zunächst wurde die Resonanz der Kavität über eine Messung mit einem VNA bei 300 K untersucht. In Abb. 7.4.1 ist die Messung an der behandelten Kavität im Vergleich zur Messung an der unbehandelten Kavität (s. Abs. 5.1.3) dargestellt. Die Zunahme der Resonanzbreite ist ein Hinweis auf einen höheren normalleitenden Oberflächenwiderstand. Eine Aussage über den supraleitenden Oberflächenwiderstand lässt sich daraus nicht ableiten, da auch die entstandene Nitridphase eine Rolle spielt, z.B. bezüglich der erreichbaren Sprungtemperatur.



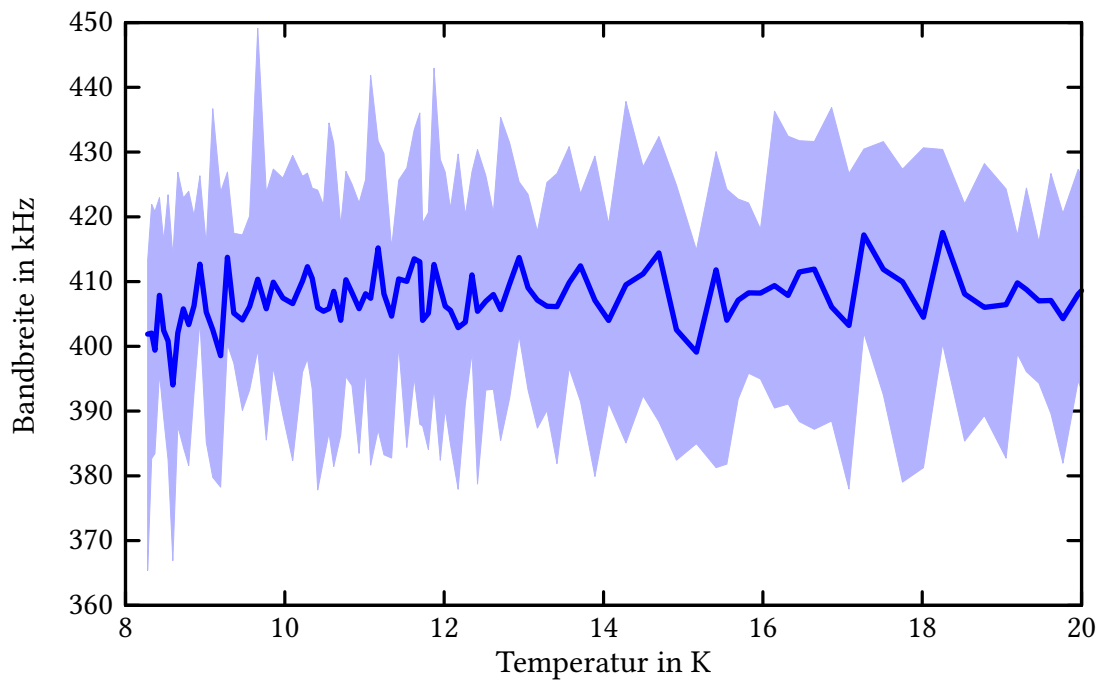
**Abb. 7.4.1.:** Bandbreitenmessungen bei einer Temperatur von 300 K der Kavität 3MC69 vor (oben) und nach (unten) der Nitrierung im UHV Ofen. Die rote Kurve ist eine Anpassung einer Lorentzkurve (Gl. (5.1.1)) an die Messdaten (blau) im dargestellten Bereich. Nach der Behandlung ist die Bandbreite der Kavität um 277 kHz höher und die Güte nimmt um 41 % ab.

Durch die Behandlung weisen die Flansche der Kavität eine deutliche aufgeraute Oberfläche auf (s. Abs. 6.3), daher konnte das Vakuumsystem nicht heliumdicht geschlossen werden. Die Kavität wurde dennoch in den vertikalen Badkryostaten eingebracht und abgekühlt, um über die Sprungtemperatur eine Aussage bezüglich der entstandenen Nitridphase zu treffen. Der vertikale Badkryostat wurde bis zu einer Temperatur

knapp unter 8 K abgekühlt. Bei niedrigeren Temperaturen wurde das Vakuum der Kavität deutlich und schnell schlechter ( $1 \cdot 10^{-3}$  mbar), wodurch der Messaufbau sowie die Vakuumpumpe gefährdet war.

In Abb. 7.4.2 ist die gemessene Resonanzbreite der Kavität dargestellt. Weder bei der für die  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase typischen Temperatur von 12,2 K noch bei der Sprungtemperatur von Niob (9,25 K) ist eine sprunghafte Verkleinerung der Resonanzbreite zu erkennen, wie es bei der Niobkavität der Fall war (vgl. Abb. 7.2.2). Aufgrund der mit den Proben gesammelten Erfahrungen deutet dies auf eine zu dünne  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase an der Oberfläche der Kavität hin. Die darunter liegende  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase weist eine Sprungtemperatur von 1,2 K auf.

Eine zerstörungsfreie Röntgenbeugungsmessung an der einzelligen Kavität ist nicht möglich. Eine Bestimmung der entstandenen Nitridphasen und ein Vergleich mit den gleichzeitig im Ofen nitrierten Proben ist ausgeschlossen.



**Abb. 7.4.2.:** Bandbreite der einzelligen Kavität 3MC69 über der mittleren Temperatur an der Kavität. Die durchgezogene Linie entspricht dem Mittelwert und die blaue Fläche der maximalen Abweichung während einer Zeitspanne von 10 s. Bei der erwarteten  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase wäre ein deutlicher Sprung der Bandbreite bei  $T < 12,2$  K zu sehen. Da auch bei  $T < 9,25$  K noch kein Sprung zu sehen ist, muss davon ausgegangen werden, dass es sich um eine  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase mit einer Sprungtemperatur von 1,2 K handelt.

## 8. Diskussion der Ergebnisse

Der vertikale Badkryostat wurde durch eine variable Einkopplung erweitert. Die zentrale Komponente der Neuentwicklung ist eine Einkoppelantenne, deren Eindringtiefe in das Cut-Off Rohr der Kavität durch eine externe Verstelleinrichtung verändert werden kann. Die Entwicklung der Komponenten erforderte elektromagnetische Feldsimulationen für die Optimierung der Hochfrequenzkomponenten bezüglich hoher Transmission der Hochfrequenzsignale und Anpassung der Einkopplung an die Kavitäten.

Für einzellige Kavitäten ergab sich für die externe Güte  $Q_{\text{ex}}$  der Einkoppelantenne ein Verstellbereich von  $1,3 \cdot 10^9$ – $5,5 \cdot 10^9$ . Dieser Verstellbereich stellt sicher, dass Gütemessungen im vertikalen Badkryostaten mit niedrigen Unsicherheiten durch ein Anpassen der externen Güte der Einkoppelantenne  $Q_{\text{ex}}$  an die unbelastete Güte der Kavität  $Q_0$  erfolgen können. Die variable Einkopplung wurde für Messungen an einzelligen, fünfzelligen, sechszelligen und 20-zelligen Kavitäten entwickelt. Es ist vorgesehen, die 20-zelligen Kavitäten im Frequenzanpassungsrahmen vermessen zu können, um die Handhabung zwischen Reinraummontage, Messung im vertikalen Badkryostaten und Montage im Beschleunigerkryostaten zu vereinfachen. Für die Kommissionierung des neu aufgebauten Systems für den vertikalen Badkryostat wurde eine Gütemessung an einer einzelligen Kavität durchgeführt.

Die Gütemessung an der einzelligen Kavität ergab für diese eine Güte von  $(3,58 \pm 0,42) \cdot 10^9$  und eine maximale Oberflächenflussdichte von  $(10,2 \pm 0,5)$  mT bei einer Temperatur von  $(1,94 \pm 0,08)$  K. Eine zweite Gütemessung bei einer Temperatur von  $(2,06 \pm 0,06)$  K ergab  $Q_0 = (1,80 \pm 0,28) \cdot 10^9$  und  $B_{\text{peak}} = (8,5 \pm 0,5)$  mT. Im Vergleich zu den Güten der 20-zelligen Beschleunigungskavitäten des S-DALINAC von bis zu  $1,12 \cdot 10^9$  stellt dies ein hervorragendes Ergebnis dar. Für die Auswertung der Gütemessung waren detaillierte elektromagnetische Feldsimulationen zur Charakterisierung der einzelligen Kavität notwendig, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden.

Die Aufrüstung des vertikalen Badkryostaten war erfolgreich und erlaubt Gütemessungen von supraleitenden Hochfrequenzkavitäten. Die Beschleunigungskavitäten des S-DALINAC können zukünftig auch außerhalb der Beschleunigungskryostaten gemessen werden.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte anhand von Proben gezeigt werden, dass es mit dem UHV Ofen möglich ist, Niobnitrid mit besseren supraleitenden Eigenschaften verglichen zu reinem Niob herzustellen. Der Nitrierungsprozess wurde optimiert, sodass die  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Phase des Niobnitrides, mit einer Sprungtemperatur von 12,2 K, erzeugt werden konnte. Die  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Phase entstand mit einer Temperatur von (1565–1578) °C bei

einem Stickstoffdruck von 100 mbar und 60 min Dauer. Der Nachweis erfolgte durch Vergleich der Glanzwinkel von Röntgenbeugungsmessungen mit den erwarteten Positionen der Glanzwinkel für ausgewählte Nitridphasen.

Der Nitrierungsprozess wurde auf eine einzellige Niob-Kavität übertragen. Aufgrund technischer Schwierigkeiten mit der Dichtfähigkeit der Niobflansche dieser Kavität konnte im Rahmen dieser Arbeit keine Gütemessung dieser Kavität durchgeführt werden. Während einem Abkühlvorgang auf 8 K im vertikalen Badkryostaten konnte weder die Sprungtemperatur von  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$  (12,2 K) noch von reinem Niob (9,25 K) nachgewiesen werden. Ein Nachweis der tatsächlich im Inneren der Kavität entstandenen Phase durch Röntgenbeugungsmessungen ist zerstörungsfrei nicht möglich. Die Erfahrungen mit Niob-Proben lassen vermuten, dass die durch den Nitrierungsprozess erzeugte  $\gamma\text{-Nb}_4\text{N}_3$ -Phase an der Oberfläche nicht ausreichend dick oder nicht entstanden ist. Stattdessen werden die supraleitenden Eigenschaften von der bei niedrigeren Stickstoffanteilen stabilen  $\beta\text{-Nb}_2\text{N}$ -Phase ( $T_c = 1,2$  K) dominiert.

## 9. Ausblick

Die variable Einkopplung vom vertikalen Badkryostaten kann für Gütemessungen an den Beschleunigungsstrukturen eingesetzt werden. Die für Messungen an der sechszelligen und den 20-zelligen Kavitäten notwendigen Halterungen und Einkoppelannten sind fertiggestellt und erlauben einen schnellen Einbau der entsprechenden Kavitäten.

Es ist bereits geplant, die neu entwickelte sechszellige Einfangstruktur, die die bisherige fünfzellige Einfangstruktur ersetzen wird, im vertikalen Badkryostaten zu vermessen. Diese Messung wird zwischen zwei chemischen Ätzprozessen (BCP, buffered chemical polishing) durchgeführt, um die Zielfrequenz der Kavität bei kalten Temperaturen zu optimieren und die Performanz der Kavität beurteilen zu können [97].

Die Herstellung einer Kavität mit einer  $\gamma$ -Nb<sub>4</sub>N<sub>3</sub>-Phase sollte weiterhin untersucht werden. Bei der Optimierung des Prozesses anhand von Proben zeigte sich eine deutliche Abhängigkeit der nachweisbaren Nitridphase von der Dauer des Nitrierungsprozesses. Die bereits nitrierte Kavität liese sich erneut im UHV Ofen einem verlängerten Nitrierungsprozess unterziehen. Die im Anschluss zum Nitrierungsprozess für eine Gütemessung notwendige mechanische Überarbeitung der Flansche ist in der Feinmechanischen Werkstat des Institut für Kernphysik durchführbar. Eine Hochdruckspülung der Kavität ist bei externen Forschungseinrichtungen wie DESY, Hamburg oder an der Johannes Gutenberg-Universität Mainz möglich, da kompatible Halterahmen für die 3 GHz Kavitäten des S-DALINAC bereits gebaut wurden. Mit entsprechend überarbeiteten Flanschen ist eine Messung der Sprungtemperatur bis unter 2 K möglich bzw. bei erfolgreicher Nitrierung eine Gütemessung der Kavität.





# Abbildungsverzeichnis

2.0.1.	Entdeckung der Supraleitung . . . . .	3
2.1.1.	Spezifische Wärmekapazität . . . . .	4
2.1.2.	$H$ - $T$ Phasendiagramm . . . . .	5
2.1.3.	Meißner-Ochsenfeld: Idealer Leiter . . . . .	6
2.1.4.	Meißner-Ochsenfeld: Supraleiter . . . . .	6
2.1.5.	London'sche Eindringtiefe . . . . .	8
2.2.1.	Bb-Bi Widerstand gegen Temperatur . . . . .	9
2.2.2.	Flussschlauch . . . . .	10
2.2.3.	Kritische Magnetfelder 1. und 2. Art . . . . .	11
2.2.4.	Diamagnetismus Supraleiter 1. und 2. Art . . . . .	12
2.3.1.	Feynman-Diagramm der Wechselwirkung . . . . .	13
2.3.2.	ee-Wechselwirkung Fermischale . . . . .	14
2.3.3.	Energielücke eines Supraleiters . . . . .	16
2.3.4.	Energielücke verschiedener Metalle . . . . .	16
3.1.1.	Überhitztes kritisches Magnetfeld . . . . .	21
3.2.1.	BCS Widerstand . . . . .	23
3.4.1.	Transienten bei gepulster Vorlaufleistung . . . . .	26
3.4.2.	Schematische Darstellung Gütemessaufbaues . . . . .	29
3.4.3.	Fotografie des Gütemessaufbaues . . . . .	30
3.4.4.	Fotografie des Gütemessaufbaues . . . . .	30
4.1.1.	Bravais-Gitte . . . . .	34
4.1.2.	Netzebenen . . . . .	34
4.2.1.	c,T-Zustandsdiagramm von Nb-N . . . . .	36
4.2.2.	Tiefenabhängige Kristallstruktur . . . . .	36
4.3.1.	Bragg-Bedingung . . . . .	39
4.3.2.	Aufbau Röntgenbeugung . . . . .	39
4.3.3.	Intensität Röntgenbeugung . . . . .	42
4.3.4.	Sekundärionen Massenspektrometrie . . . . .	43
5.1.1.	3 GHz Einzeller im Reinraum . . . . .	46
5.1.2.	Schnittdarstellung Einzeller . . . . .	46
5.1.3.	Simuliertes E-Feld . . . . .	49
5.1.4.	Simuliertes B-Feld . . . . .	50
5.1.5.	Simuliertes B-Feld . . . . .	51
5.1.6.	Bandbreite der Einzeller bei 300 K . . . . .	53
5.2.1.	Theoretischer Verlauf $\delta Q_0$ . . . . .	55

5.2.2.	Komponenten der variablen Einkopplung . . . . .	56
5.2.3.	Verstellereinrichtung . . . . .	57
5.2.4.	Visualisierung des Einsatzes . . . . .	58
5.2.5.	$S$ -Parameter . . . . .	60
5.2.6.	CST Simulation des HN-Cut-Off Überganges . . . . .	61
5.2.7.	Gefertigter Übergang . . . . .	61
5.2.8.	CST Modell des Einzellers . . . . .	62
5.2.9.	Simulationsergebnisse zur Eindringtiefe . . . . .	64
5.2.10.	Messung der externen Güte . . . . .	65
5.3.1.	Schnittbild UHV Ofen . . . . .	67
5.3.2.	Temperaturstabilität vom UHV Ofen . . . . .	68
5.3.3.	Extrapolation der Glühtopftemperatur . . . . .	69
6.1.1.	Vakuumschema des UHV Ofens . . . . .	71
6.1.2.	Niob-Probe . . . . .	72
6.1.3.	Aufheizprozess des UHV-Ofens . . . . .	73
6.1.4.	Ausheizprozess unter Stickstoffatmosphäre . . . . .	74
6.2.1.	SIMS Fremdelementanalyse . . . . .	76
6.2.2.	XRD Vergleich der Ausheizprozesse . . . . .	79
6.2.3.	XRD Vergleich der Abschaltprozeduren . . . . .	80
6.3.1.	Einzeller im Ofen . . . . .	81
6.3.2.	Druck und Temperatur des Ofens . . . . .	82
6.3.3.	$p$ und $T$ während des Nitrierungsprozesses . . . . .	82
6.3.4.	Einzeller nach Behandlung im Ofen . . . . .	83
6.3.5.	Röntgendiffraktogramm der Proben mit Kavität . . . . .	85
7.1.1.	Neuer Einsatz für den vert. Badkryostaten . . . . .	88
7.2.1.	Aufbau Sprungtemperaturmessung . . . . .	90
7.2.2.	Sprungtemperatur Einzeller . . . . .	90
7.3.1.	Gütemessung Einzeller . . . . .	92
7.4.1.	Kavität 3MC69 bei 300 K . . . . .	93
7.4.2.	Bandbreite nach Behandlung . . . . .	94
A.0.1.	HN-Vakuumdurchführung . . . . .	103
A.0.2.	Großer Membranbalg . . . . .	111
A.0.3.	Kleiner Membranbalg . . . . .	112

## Tabellenverzeichnis

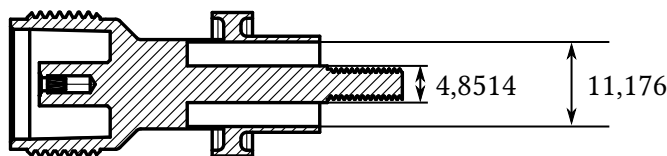
3.5.1.	Supraleitende Materialien auf Niob-Basis . . . . .	32
4.2.1.	Kristallstruktur von Niobnitrid . . . . .	37
4.3.1.	Netzebenen von Niobnitrid . . . . .	41
5.1.1.	Herstellungsschritte Einzeller . . . . .	47
5.1.2.	Einzeller Parameter . . . . .	52
5.3.1.	Extrapolierte Temperaturen an verschiedenen Positionen . . . . .	70
6.2.1.	SIMS Elemente . . . . .	76
7.3.1.	Temperatur und Dampfdruck . . . . .	91
A.0.1.	Solver Einstellungen . . . . .	104
A.0.2.	Solver Einstellungen . . . . .	105
A.0.3.	Solver Einstellungen . . . . .	106



## A. Anhang

### CST MWS Einstellungen

#### Variabler Einkoppler



**Abb. A.0.1.:** Vakuumdurchführung mit HN-Stecker auf der atmosphärischen Seite (links) und einem Stift vakuumseitig. Auf den Stift wurde ein Gewinde M4 aufgeschnitten, um die Montage des Antennenkörpers zu ermöglichen. Maße in mm.

### Formeln

#### A.0.1. Messung der Hochfrequenzleistung

Für die Gütemessung am vertikalen Badkryostaten wird die Hochfrequenzleistung am bidirektionalen Richtkoppler üblicherweise über Schottky-Dioden in ein Gleichspannungssignal umgewandelt [98]. Diese Gleichspannungen der vor-, rücklaufenden sowie der durchgekoppelten Leistung werden über ein Oszilloskop mit 4 Kanälen aufgenommen. Die zu den einzelnen Leistungen gehörenden Größen werden über die Indices  $f$ ,  $r$  und  $t$  unterschieden. Die folgenden Gleichungen für die Vorlaufleistung gelten äquivalent für die Rücklaufleistung durch Vertauschung von  $f$  und  $r$ . Vor der Messung wird eine Kalibration  $f : U \text{ in mV} \rightarrow P \text{ in dBm}$  jeder Schottky-Diode durchgeführt. Die Kalibration  $f$  wird dann verwendet, um die Leistung zu jedem Zeitpunkt  $t$  am Anschluss des Richtkopplers  $P^m$  zu bestimmen:

$$P_{f,t}^m = f_f(U_{f,t}^m). \quad (\text{A.0.1})$$

Die Unsicherheit der Schottky-Dioden ist  $\delta P_f^m \approx 5\%$ , verursacht durch Rauschen und Reproduzierbarkeit der Kalibrationsmessung. Die Messebene am Anschluss des bidirektionalen Richtkopplers  $P^m$  wird über eine *off-resonance*-Messung  $P^{\text{off}}$  und die Kop-

**Tab. A.0.1.:** Einstellungen des CST MWS Solvers.

Solver Settings	
Solver	Eigenmode
Modes	2
Mesh Type	Tetrahedral
Tetrahedrons	237 493
Frequency	> 2,85 GHz
Adaptive Mesh Refinement	
Max. Frequency variation	0,01
Number of passes	2–6
Mesh increment	5
Number of modes to check	10
Solver Specials	
Accuracy	$1 \cdot 10^{-6}$
Consider static modes	True
Solver order	2nd (good accuracy)
Mesh Properties	
Maximum Cell	Cells per wavelength
Model	Background
40	30
Cells per max model box edge	
10	1
Minimum cell	Absolute value, 0
Meshing method	Surface based
Special Mesh Properties	
Equilibrate ratio	2
Mesh optimization	True
Consider Material Properties	True
Normal Tolerance	22,5°
Anisotropic Curvature Refinement	True
Curved element	Automatic

**Tab. A.0.2.:** Einstellungen des CST MWS Solvers für die Simulation des Überganges.

Solver Settings	
Solver	Eigenmode
Modes	2
Mesh Type	Tetrahedral
Tetrahedrons	104 580
Frequency	> 2,85 GHz
Mesh Refinement	
Max. Frequency variation	0,01
Number of passes	2–6
Mesh increment	5
Number of modes to check	10
Solver Specials	
Accuracy	$1 \cdot 10^{-6}$
Consider static modes	True
Solver order	2nd (good accuracy)
Special Mesh Properties	
Equilibrate ratio	2
Mesh optimization	True
Consider Material Properties	True
Normal Tolerance	22,5°
Anisotropic Curvature Refinement	True
Curved element	Automatic



**Tab. A.0.3.:** Einstellungen des CST MWS Solvers für die Simulation der Eindringtiefe.

Solver Settings	
Solver	Eigenmode
Modes	2
Mesh Type	Tetrahedral
Tetrahedrons	104 580
Frequency	> 2,85 GHz
Mesh Refinement	
Max. Frequency variation	0,01
Number of passes	2–6
Mesh increment	5
Number of modes to check	10
Solver Specials	
Accuracy	$1 \cdot 10^{-6}$
Consider static modes	True
Solver order	2nd (good accuracy)
Special Mesh Properties	
Equilibrate ratio	2
Mesh optimization	True
Consider Material Properties	True
Normal Tolerance	22,5°
Anisotropic Curvature Refinement	True
Curved element	Automatic

pelstärken des Richtkopplers  $k_f$  und  $k_r$  an den Einkoppler verschoben:

$$\begin{aligned} P_{f,t} &= p_f \cdot P_{f,t}^m \\ p_f &= (k_r \cdot k_f)^{-1/2} \cdot \sqrt{P_r^{\text{off}} / P_f^{\text{off}}} \\ P_f^{\text{off}} &= \overline{\langle P_{f,t}^{\text{off}} \rangle} \end{aligned} \quad (\text{A.0.2})$$

Die Unsicherheit der Leistungsmessung berücksichtigt (1) die Standardabweichung der bestimmten Mittelwerte der *off-resonance* Messung  $\Delta P_f^{\text{off}}$  (2) die Unsicherheit der Koppelstärken des Richtkopplers  $\delta k_f$  und (3) die Unsicherheit des Leistungsmessgerätes  $\delta P_f^m$ :

$$\begin{aligned} \Delta P_f^{\text{off}} &= \sigma(\langle P_{f,t}^{\text{off}} \rangle) = \sqrt{\text{Var}(\langle P_{f,t}^{\text{off}} \rangle)} \\ \Delta p_f &= 1/2k \left\{ \left( \Delta P_f^{\text{off}} [P_r^{\text{off}} \cdot (P_f^{\text{off}})^3]^{-1/2} \right)^2 \right. \\ &\quad + \left( \Delta P_r^{\text{off}} [P_r^{\text{off}} \cdot P_f^{\text{off}}]^{-1/2} \right)^2 \\ &\quad \left. + \left( p_f/k \cdot \sqrt{(\Delta k_r)^2 + (\Delta k_f)^2} \right)^2 \right\}^{1/2} \end{aligned} \quad (\text{A.0.3})$$

Die relative Unsicherheit  $\delta P_{f,t} = \Delta P_{f,t} \cdot P_{f,t}^{-1}$  durch die Leistungskorrektur ist dann zeitunabhängig:

$$\delta P_{f,t} = \{(\delta P_f^m)^2 + (\delta p_f)^2\}^{1/2} \quad (\text{A.0.4})$$

Die Gleichgewichtsleistung  $P_f$  ist gegeben durch den Mittelwert von  $P_{f,t}$  für  $t_e - n\tau < t < t_e$  vor dem Ende des Leistungspulses bei  $t_e$ :

$$\begin{aligned} P_f &= \overline{\langle P_{f,t} \rangle_{t_e - \tau}^{t_e}} \\ \Delta P_f &= \left\{ \sigma(\langle P_{f,t} \rangle_{t_e - \tau}^{t_e})^2 \right. \\ &\quad \left. + (\delta P_{f,t} \cdot P_f)^2 \right\}^{1/2} \end{aligned} \quad (\text{A.0.5})$$

Die Unsicherheit ist durch die Standardabweichung durch die Mittelung und die Unsicherheit durch die Leistungskorrektur (Gl. (A.0.4)) gegeben.

### A.0.2. Koppelfaktor des Einkopplers

Drei Gleichungen werden verwendet um den Koppelfaktor  $\beta$  aus den Leistungen  $P_f$ ,  $P_r$  und  $P_e$  zu bestimmen:

$$\begin{aligned}
 \beta_{\text{fre}} &= \frac{P_e}{P_f - P_r} \\
 \Delta\beta_{\text{fre}} &= \left\{ \left( \frac{\Delta P_e}{P_r - P_f} \right)^2 \right. \\
 &\quad + \left( \frac{P_e \Delta P_r}{(P_r - P_f)^2} \right)^2 \\
 &\quad \left. + \left( \frac{P_e \Delta P_f}{(P_r - P_f)^2} \right)^2 \right\}^{1/2} \\
 \beta_{\text{fr}} &= \frac{1 \pm \sqrt{P_r/P_f}}{1 \mp \sqrt{P_r/P_f}} \\
 \Delta\beta_{\text{fr}} &= \left\{ \left( \frac{\sqrt{P_r/P_f}}{\mp 2P_f \sqrt{P_r/P_f} + P_r + P_f} \Delta P_f \right)^2 \right. \\
 &\quad \left. + \left( \frac{\sqrt{P_r/P_f}}{P_r(1 \mp \sqrt{P_r/P_f})^2} \Delta P_r \right)^2 \right\}^{1/2} \\
 \beta_{\text{fe}} &= \frac{1}{2 \cdot \sqrt{P_f/P_e} - 1} \\
 \Delta\beta_{\text{fe}} &= \left\{ \left( \sqrt{P_f/P_e} \beta_{\text{fe}}^2 \frac{\Delta P_e}{P_e} \right)^2 \right. \\
 &\quad \left. + \left( \sqrt{P_f/P_e} \beta_{\text{fe}}^2 \frac{\Delta P_f}{P_f} \right)^2 \right\}^{1/2} \\
 \beta &= 1/3 \cdot (\beta_{\text{fre}} + \beta_{\text{fr}} + \beta_{\text{fe}}) \\
 \Delta\beta &= 1/3 \cdot \left\{ \Delta\beta_{\text{fre}}^2 + \Delta\beta_{\text{fr}}^2 + \Delta\beta_{\text{fe}}^2 \right. \\
 &\quad \left. + 2(\Delta\beta_{\text{fre}}\Delta\beta_{\text{fr}} + \Delta\beta_{\text{fre}}\Delta\beta_{\text{fe}} + \Delta\beta_{\text{fr}}\Delta\beta_{\text{fe}}) \right\}^{1/2}
 \end{aligned} \tag{A.0.6}$$

Die Unsicherheiten der einzelnen Koppelfaktoren ergeben sich aus Gauß'scher Fehlerforpflanzung der Unsicherheiten der Leistungsmessung. Für die weiteren Rechnungen wird der Mittelwert der drei Koppelfaktoren verwendet, wobei bei der Unsicherheit die Korrelation zwischen den einzelnen Koppelfaktoren berücksichtigt wird.

### A.0.3. Abfallszeit und belastete Güte

Eine exponentiell abfallende Funktion

$$P(t) = P_e \cdot \exp\left(-\frac{x - t_e}{\tau}\right) \quad (\text{A.0.7})$$

wird an die aufgenommenen und leistungskorrigierte Rücklaufleistung nach abschalten der Vorlaufleistung über die Methode der kleinsten Quadrate angepasst. Die Unsicherheiten in  $\Delta P_e$  und  $\Delta \tau$  sind durch die Anpassung gegeben. Mit der Resonanzfrequenz  $\omega_0 = 2 \cdot \pi f_0$  der  $\pi$ -Mode der Kavität lässt sich die belastete Güte  $Q_L$  und ihre Unsicherheit  $\Delta Q_L$  leicht über

$$\begin{aligned} Q_L &= \omega_0 \cdot \tau \\ \Delta Q_L &= Q_L \frac{\Delta \tau}{\tau} \end{aligned} \quad (\text{A.0.8})$$

berechnen.

### A.0.4. Unbelastete Güte und Beschleunigungsfeldstärke

Die unbelastete Güte  $Q_0$  lässt sich aus der belasteten Güte  $Q_L$  und dem Koppelfaktor  $\beta$  über die Beziehung

$$\begin{aligned} Q_0 &= (1 + \beta) \cdot Q_L, \\ \Delta Q_0 &= \left\{ (\Delta \beta \cdot Q_L)^2 \right. \\ &\quad + ((1 + \beta) \cdot \Delta Q_L)^2 \\ &\quad \left. + 2 \cdot Q_0 \cdot \Delta Q_L \Delta \beta \right\}^{1/2}. \end{aligned} \quad (\text{A.0.9})$$

bestimmen. Die Unsicherheit ist auch hier aus der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung unter Berücksichtigung der Korrelation zwischen  $Q_L$  und  $\beta$  gegeben.

Über die dissipierte Leistung  $P_d = P_f - P_r$  lässt sich das Beschleunigungsfeld berechnen:

$$\begin{aligned} E_{\text{acc}} &= \sqrt{(P_d \cdot Q_0 \cdot R/Q)} \cdot l^{-1} \\ \Delta E_{\text{acc}} &= 0.5 \cdot \sqrt{R/Q} \cdot l^{-1} \\ &\quad \cdot \left\{ P_d/Q_0 \cdot \Delta Q_0^2 \right. \\ &\quad \left. + Q_0/P_d \cdot \Delta P_d^2 \right\}^{1/2}. \end{aligned} \quad (\text{A.0.10})$$

Die geometrische Shuntimpedanz  $R/Q$  wird aus einer Simulation der elektromagnetischen Felder bestimmt.

Bei hohen elektrischen Feldstärken kann die Güte wie in Kap. 3.4 beschrieben nicht mehr über die Abfallszeit bestimmt werden, stattdessen wird die Proportionalität zwischen gespeicherter Energie und ausgekoppelter Leistung ausgenutzt. Der Proportionalitätsfaktor  $\kappa$  wird durch eine Abfallszeitmessung bei kleinen Leistungen bestimmt:

$$\begin{aligned}
 U &= \frac{Q_0 P_0}{\omega_0} \\
 \Delta U &= \omega_0^{-1} \left( (Q_0 \Delta P_0)^2 + (P_0 \Delta Q_0)^2 \right)^{1/2} \\
 \kappa &= \frac{U_{<}}{P_{t,<}} \\
 \Delta \kappa &= \left( (\Delta U_{<} P_{t,<}^{-1})^2 + (U_{<} \Delta P_{t,<} P_{t,<}^{-2})^2 \right)^{1/2}
 \end{aligned} \tag{A.0.11}$$

## Technische Zeichnungen

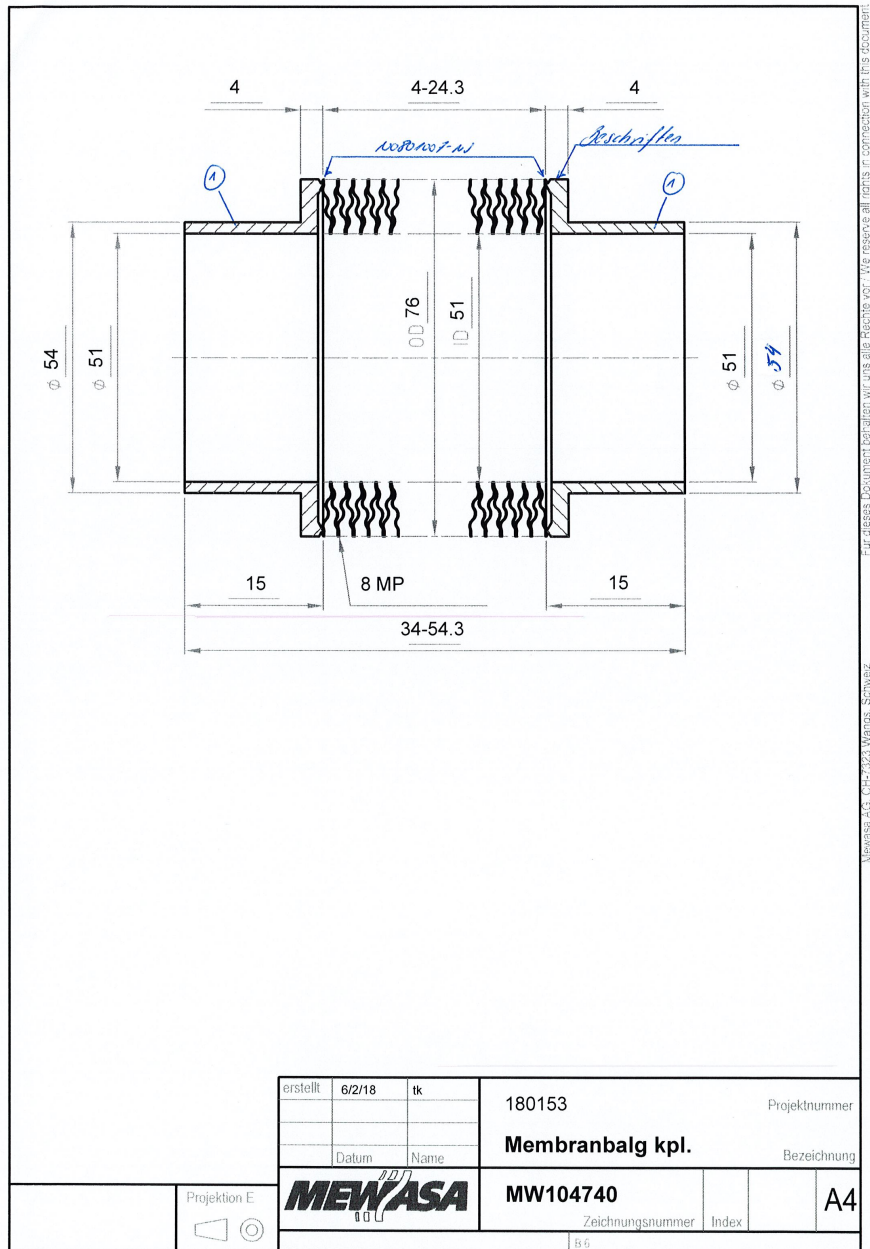
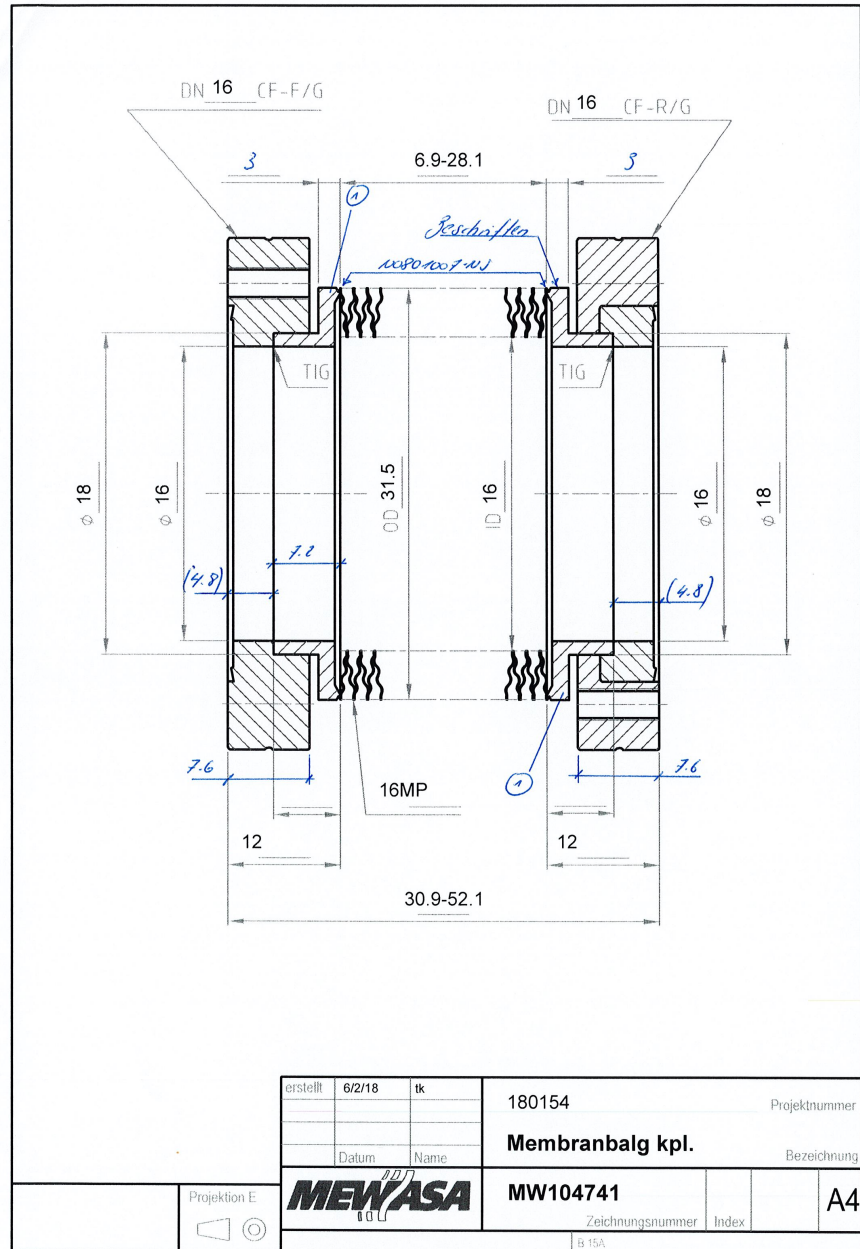


Abb. A.0.2.: Großer Membranbalg am Einkoppler der Kavität.



**Abb. A.0.3.:** Kleiner Membranbalg an der Verstelleinrichtung am Deckel.

## Literatur

- [1] K. Kasprzak, M. Wiencek, A. Zwozniak, D. Kostin, D. Reschke und N. Walker: *Test Results of the European XFEL Serial-Production Accelerator Modules*. In: *18th International Conference on RF Superconductivity*. Lanzhou, Gansu, China, 2017, S. 312.
- [2] T. Dohmae, H. Inoue, K. Umemori, T. Kubo, H. Shimizu, M. Yamanaka und Y. Watanabe: *Investigation on 1,3 and 9-cell SRF Elliptical Cavities made of Large Grain Niobium*. In: *19th International Conference on RF Superconductivity*. Dresden, Deutschland, 2019, S. 1215.
- [3] A. Grassellino, A. Romanenko, D. Sergatskov, O. Melnychuk, Y. Trenikhina, A. Crawford, A. Rowe, M. Wong, T. Khabiboulline und F. Barkov: *Nitrogen and argon doping of niobium for superconducting radio frequency cavities: a pathway to highly efficient accelerating structures*. Techn. Ber. Fermi National Accelerator Laboratory, 2013. URL: <http://arxiv.org/abs/1306.0288>.
- [4] N. Schäfer: *In Vorbereitung*. Diss. Darmstadt, Deutschland: Technische Universität Darmstadt.
- [5] H. K. Onnes: *Further experiments with liquid helium. C. On the change of electric resistance of pure metals at very low temperatures etc. IV The resistance of pure mercury at helium temperatures*. In: *Proceedings of KNAW*. Bd. 13. 2. 1910, S. 1274.
- [6] H. K. Onnes: *Further Experiments with Liquid Helium. D. On the Change of the Electrical Resistance of Pure Metals at very low Temperatures, etc. V. The Disappearance of the resistance of mercury*. In: *Proceedings of KNAW*. Bd. 14. 1. 1911, S. 113.
- [7] H. K. Onnes: *The liquefaction of helium*. In: *Proceedings of KNAW*. Bd. 9. 1909, S. 168.
- [8] H. K. Onnes: *Further Experiments with Liquid Helium. G. On the Electrical Resistance of Pure Metals, etc. VI. On the Sudden Change in the Rate at which the Resistance of Mercury Disappears*. In: *Proceedings of KNAW*. Bd. 14. 2. 1912, S. 818.
- [9] F. Schwaigerer, B. Sailer, J. Glaser und H.-J. Meyer: *Strom eiskalt serviert: Supraleitfähigkeit*. In: *Chemie in unserer Zeit* 36.2 (2002), S. 108–124. DOI: [10.1002/1521-3781\(200204\)36:2<108::aid-ciuz108>3.0.co;2-y](https://doi.org/10.1002/1521-3781(200204)36:2<108::aid-ciuz108>3.0.co;2-y).
- [10] A. T. Hirshfeld, H. A. Leupold und H. A. Boorse: *Superconducting and Normal Specific Heats of Niobium*. In: *Physical Review* 127.5 (1962), S. 1501.
- [11] S. Hunklinger: *Festkörperphysik*. De Gruyter, 2017. DOI: [10.1515/9783110567755-497](https://doi.org/10.1515/9783110567755-497).



- [12] W. Meissner und R. Ochsenfeld: *Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit*. In: *Naturwissenschaften* 21.44 (1933), S. 787–788. ISSN: 1432-1904. DOI: [10.1007/BF01504252](https://doi.org/10.1007/BF01504252).
- [13] H. Ibach und H. Lüth: *Festkörperphysik*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009. DOI: [10.1007/978-3-540-85795-2](https://doi.org/10.1007/978-3-540-85795-2).
- [14] P. Mangin und R. Kahn: *Superconductivity - An introduction*. Springer International Publishing AG, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-50527-5>.
- [15] F. London und H. London: *The Electromagnetic Equations of the Supraconductor*. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 149.866 (1935), S. 71–88. DOI: [10.1098/rspa.1935.0048](https://doi.org/10.1098/rspa.1935.0048).
- [16] V. L. Ginzburg: *On Superconductivity and Superfluidity*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009. DOI: [10.1007/978-3-540-68008-6](https://doi.org/10.1007/978-3-540-68008-6).
- [17] V. L. Ginzburg: *On the theory of superconductivity*. In: *Il Nuovo Cimento* 2.6 (1955), S. 1234–1250. DOI: [10.1007/bf02731579](https://doi.org/10.1007/bf02731579).
- [18] L. D. Landau: *Collected papers of L. D. Landau*. In: *Nuclear Physics* 81.2 (1966). Hrsg. von D. T. Haar, S. 674. DOI: [10.1016/s0029-5582\(66\)80055-x](https://doi.org/10.1016/s0029-5582(66)80055-x).
- [19] R. G. Sharma: *Superconductivity*. Springer International Publishing Switzerland, 2015. ISBN: 978-3-319-13712-4.
- [20] W. J. D. Haas und J. Voogd: *The influence of magnetic fields on supraconductors*. In: *Proceedings of KNAW*. Bd. 33. 3. 1930, S. 262.
- [21] A. A. Abrikosov: *On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group*. In: *Soviet Physics JETP* 5.6 (1957), S. 1174.
- [22] R. Doll und M. Näbauer: *Experimental Proof of Magnetic Flux Quantization in a Superconducting Ring*. In: *Phys. Rev. Lett.* 7 (2 1961), S. 51–52. DOI: [10.1103/PhysRevLett.7.51](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.7.51).
- [23] K. Kopitzki und P. Herzog: *Einführung in die Festkörperphysik*. 7. Aufl. Springer-Verlag GmbH Deutschland, 2017.
- [24] G. Cody: *Critical Fields of Type II Superconductors*. Techn. Ber. Princeton, New Jersey, USA: RCA Laboratories, 1968, S. 405.
- [25] D. K. Finnemore, T. F. Stromberg und C. A. Swenson: *Superconducting Properties of High-Purity Niobium*. In: *Phys. Rev.* 149 (1 1966), S. 231–243. DOI: [10.1103/PhysRev.149.231](https://doi.org/10.1103/PhysRev.149.231).
- [26] E. Maxwell: *Isotope Effect in the Superconductivity of Mercury*. In: *Phys. Rev.* 78 (4 1950), S. 477. DOI: [10.1103/PhysRev.78.477](https://doi.org/10.1103/PhysRev.78.477).

- [27] M. Tinkham: *Introduction to Superconductivity*. Dover Publications, 2004. ISBN: 9780486435039.
- [28] W. S. Corak, B. B. Goodman, C. B. Satterthwaite und A. Wexler: *Exponential Temperature Dependence of the Electronic Specific Heat of Superconducting Vanadium*. In: *Phys. Rev.* 96 (5 1954), S. 1442–1444. DOI: [10.1103/PhysRev.96.1442.2](https://doi.org/10.1103/PhysRev.96.1442.2).
- [29] W. S. Corak, B. B. Goodman, C. B. Satterthwaite und A. Wexler: *Atomic Heats of Normal and Superconducting Vanadium*. In: *Phys. Rev.* 102 (3 1956), S. 656–661. DOI: [10.1103/PhysRev.102.656](https://doi.org/10.1103/PhysRev.102.656).
- [30] J. Bardeen, L. N. Cooper und J. R. Schrieffer: *Theory of Superconductivity*. In: *Physical Review* 108.5 (1957), S. 1175–1204.
- [31] G. Czycholl: *Theoretische Festkörperphysik Band 1*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2016. DOI: [10.1007/978-3-662-47141-8](https://doi.org/10.1007/978-3-662-47141-8).
- [32] L. N. Cooper: *Bound Electron Pairs in a Degenerate Fermi Gas*. In: *Phys. Rev.* 104 (4 1956), S. 1189–1190. DOI: [10.1103/PhysRev.104.1189](https://doi.org/10.1103/PhysRev.104.1189).
- [33] K. H. Bennemann und J. B. Ketterson, Hrsg.: *Superconductivity*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [34] W. Buckel und R. Kleiner: *Superconductivity: Fundamentals and Applications*. 2. Aufl. WILEY-VCH Verlag, 2004.
- [35] M. Jarrell: *A Course in Solid State Physics*. online. Baton Rouge, Louisiana, USA, 2017. URL: [http://www.phys.lsu.edu/~jarrell/COURSES/SOLID\\_STATE/](http://www.phys.lsu.edu/~jarrell/COURSES/SOLID_STATE/).
- [36] I. Giaever und K. Megerle: *Study of Superconductors by Electron Tunneling*. In: *Phys. Rev.* 122 (4 1961), S. 1101–1111. DOI: [10.1103/PhysRev.122.1101](https://doi.org/10.1103/PhysRev.122.1101).
- [37] H. Podlech: *Superconducting versus normal conducting cavities*. online. Genf, Schweiz, 2013. DOI: [10.5170/CERN-2013-001.151](https://doi.org/10.5170/CERN-2013-001.151).
- [38] D. M. Ginsberg und M. Tinkham: *Far Infrared Transmission through Superconducting Films*. In: *Phys. Rev.* 118 (4 1960), S. 990–1000. DOI: [10.1103/PhysRev.118.990](https://doi.org/10.1103/PhysRev.118.990).
- [39] H. Padamsee, J. Knobloch und T. Hays: *RF Superconductivity for Accelerators*. 2. Aufl. Wiley-VCH, 2007.
- [40] B. Bonin: *Materials for superconducting cavities*. Techn. Ber. Genf, Schweiz: CERN, 1996. DOI: [10.5170/CERN-1996-003.191](https://doi.org/10.5170/CERN-1996-003.191).
- [41] K. Saito und P. Kneisel: *Temperature Dependence of the Surface Resistance of Niobium at 1300 MHz - Comparison to BCS Theory -*. In: *Proceedings of the 1999 Workshop on RF Superconductivity*. 1999, S. 277.

- [42] P. Drude: *Zur Elektronentheorie der Metalle*. In: *Annalen der Physik* 306.3 (1900), S. 566–613. DOI: [10.1002/andp.19003060312](https://doi.org/10.1002/andp.19003060312).
- [43] P. Drude: *Zur Ionentheorie der Metalle*. In: *Physikalische Zeitschrift* 1.14 (1900), S. 161–165.
- [44] P. Schmüser: *Basic Principles of RF Superconductivity and Superconducting Cavities*. Techn. Ber. Hamburg, Deutschland: Universität Hamburg.
- [45] N. Valles und M. Liepe: *The Superheating Field of Niobium: Theory and Experiment*. In: *Proceedings of SRF2011*. Chicago, USA, 2011.
- [46] T. Yogi, G. J. Dick und J. E. Mercereau: *Critical rf Magnetic Fields for Some Type-I and Type-II Superconductors*. In: *Physical Review Letters* 39.13 (1977), S. 826–829. DOI: [10.1103/physrevlett.39.826](https://doi.org/10.1103/physrevlett.39.826).
- [47] M. K. Transtrum, G. Catelani und J. P. Sethna: *Superheating field of superconductors within Ginzburg-Landau theory*. In: *Phys. Rev. B* 83 (9 2011), S. 094505. DOI: [10.1103/PhysRevB.83.094505](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.83.094505).
- [48] W. Weingarten: *Radio-frequency superconductivity applied to large electron accelerators*. In: *Part. World* 1.4 (1990), S. 93–103.
- [49] A. J. Dolgert, S. J. D. Bartolo und A. T. Dorsey: *Superheating fields of superconductors: Asymptotic analysis and numerical results*. In: *Physical Review B* 53.9 (1996), S. 5650–5660. DOI: [10.1103/physrevb.53.5650](https://doi.org/10.1103/physrevb.53.5650).
- [50] A. Godeke: *Nb<sub>3</sub>Sn For Radio Frequency Cavities*. Techn. Ber. Berkeley, Kalifornien, USA: Lawrence Berkeley National Laboratory, 2006.
- [51] R. Eichhorn: *Optimierung des Strahltransportsystems und experimentelle Umsetzung verschiedener Methoden zur Gütemessung am S-DALINAC*. D17. Dissertation. Technische Universität Darmstadt, 1999.
- [52] R. Grewe: *In-Situ Quality Factor Measurement of the Superconducting S-DALINAC Cavities*. Master-Thesis. Darmstadt, Germany: Technische Universität Darmstadt, 2014.
- [53] T. Powers: *Theory and practice of cavity RF test systems*. In: *Proceedings of the 12th International Workshop on RF Superconductivity*. Cornell University, Ithaca, New York, USA, 2002, S. 40.
- [54] F. M. Gardner: *Phaselock Techniques*. 3. Wiley-Interscience, 2005.
- [55] *European XFEL*. online. URL: <https://www.xfel.eu/>.
- [56] M. Altarelli, R. Brinkmann, M. Chergui, W. Decking, B. Dobson, S. Düsterer, G. Grübel, W. Graeff, H. Graafsma, J. Hajdu u. a., Hrsg.: *XFEL: The European X-Ray Free-Electron Laser. Technical design report*. 2006. ISBN: 9783935702171. DOI: [10.3204/DESY\\_06-097](https://doi.org/10.3204/DESY_06-097).

- [57] N. Walker, D. Reschke, J. Schaffran, L. Steder, M. Wenskat und L. Monaco: *Performance Analysis of the European XFEL SRF Cavities, from Vertical Test to Operation in Modules*. In: *Proceedings of LINAC16*. 2016.
- [58] A. Grasselino, A. Romanenko, A. Crawford, O. Melnychuk, A. Rowe, M. Wong, C. Cooper, D. Sergatkov, D. Bice, Y. Trenikhina, L. Cooley, C. Ginsburg und R. Kephart: *Fermilab experience of post-annealing losses in SRF niobium cavities due to furnace contamination and the ways to its mitigation: a pathway to processing simplification and quality factor improvement*. In: (2013). arXiv:1305.2182.
- [59] J. N. Galayda: *The LCLS-II: A High Power Upgrade to the LCLS*. In: *Proceedings of the 9th International Particle Accelerator Conference*. Vancouver, Canada, 2018, S. 18. DOI: [10.18429/JACoW-IPAC2018-MOYGB2](https://doi.org/10.18429/JACoW-IPAC2018-MOYGB2).
- [60] G. Aschermann, E. Friederich, E. Justi und J. Kramer: *Supraleitfähige Verbindungen mit extrem hohen Sprungtemperaturen (NbH und NbN)*. In: *Technischwissenschaftliche Abhandlungen der Osram-Gesellschaft: 5. Band*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1943, S. 401–416. DOI: [10.1007/978-3-642-99713-6\\_57](https://doi.org/10.1007/978-3-642-99713-6_57).
- [61] M. P. Tu, K. Mbaye, L. Wartski und J. Halbritter: *Niobium Nitride Coated Superconducting Cavities*. In: *Proceedings of The Third Workshop on RF Superconductivity*. 1987, S. 673.
- [62] M. P. Tu, K. Mbaye, L. Wartski und J. Halbritter: *RF Characterization of Thermally Diffused Superconducting Niobium Nitride*. In: *Journal of Applied Physics* 63.9 (1988), S. 4586–4590. DOI: [10.1063/1.340160](https://doi.org/10.1063/1.340160).
- [63] W. Martienssen und H. Warlimont, Hrsg.: *Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data*. 2. Aufl. Springer Nature Switzerland AG, 2018. ISBN: 978-3-319-69741-3.
- [64] Z. Wang, A. Kawakami, Y. Uzawa und B. Komiyama: *Superconducting properties and crystal structures of single-crystal niobium nitride thin films deposited at ambient substrate temperature*. In: *Journal of Applied Physics* 79.10 (1996), S. 7837–7842. DOI: [10.1063/1.362392](https://doi.org/10.1063/1.362392).
- [65] D. Hazra, N. Tsavdaris, S. Jebari, A. Grimm, F. Blanchet, F. Mercier, E. Blanquet, C. Chapelier und M. Hofheinz: *Superconducting properties of very high quality NbN thin films grown by high temperature chemical vapor deposition*. In: *Superconducting Science Technology* 29 (2016), S. 105011. DOI: [10.1088/0953-2048/29/10/105011](https://doi.org/10.1088/0953-2048/29/10/105011).
- [66] T. Ohashi, H. Kitano, A. Maeda, H. Akaike und A. Fujimaki: *Dynamic fluctuations in the superconductivity of NbN films from microwave conductivity measurements*. In: *Physical Review B* 73.17 (2006). DOI: [10.1103/physrevb.73.174522](https://doi.org/10.1103/physrevb.73.174522).

- [67] M. R. Beebe, D. B. Beringer, M. C. Burton, K. Yang und R. A. Lukaszew: *Stoichiometry and thickness dependence of superconducting properties of niobium nitride thin films*. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 34.2 (2016), S. 021510. DOI: [10.1116/1.4940132](https://doi.org/10.1116/1.4940132).
- [68] M. Joguet, W. Lengauer, M. Bohn und J. Bauer: *High-temperature reactive phase formation in the Nb-N system*. In: *J. Alloys Compd.* 269.1-2 (1998), S. 233–237. DOI: [10.1016/s0925-8388\(97\)00628-2](https://doi.org/10.1016/s0925-8388(97)00628-2).
- [69] M. Quirós, S. Gražulis, S. Girdzijauskaitė, A. Merkys und A. Vaitkus: *Using SMILES strings for the description of chemical connectivity in the Crystallography Open Database*. In: *Journal of Cheminformatics* 10.1 (2018). DOI: [10.1186/s13321-018-0279-6](https://doi.org/10.1186/s13321-018-0279-6).
- [70] A. Merkys, A. Vaitkus, J. Butkus, M. Okulič-Kazarinas, V. Kairys und S. Gražulis: *COD::CIF::Parser: an error-correcting CIF parser for the Perl language*. In: *Journal of Applied Crystallography* 49.1 (2016). DOI: [10.1107/S1600576715022396](https://doi.org/10.1107/S1600576715022396).
- [71] S. Gražulis, A. Merkys, A. Vaitkus und M. Okulič-Kazarinas: *Computing stoichiometric molecular composition from crystal structures*. In: *Journal of Applied Crystallography* 48.1 (2015), S. 85–91. DOI: [10.1107/S1600576714025904](https://doi.org/10.1107/S1600576714025904).
- [72] S. Gražulis, A. Daškevič, A. Merkys, D. Chateigner, L. Lutterotti, M. Quirós, N. R. Serebryanaya, P. Moeck, R. T. Downs und A. Le Bail: *Crystallography Open Database (COD): an open-access collection of crystal structures and platform for worldwide collaboration*. In: *Nucleic Acids Research* 40.D1 (2012), S. D420–D427. DOI: [10.1093/nar/gkr900](https://doi.org/10.1093/nar/gkr900). URL: <http://nar.oxfordjournals.org/content/40/D1/D420.abstract>.
- [73] S. Gražulis, D. Chateigner, R. T. Downs, A. F. T. Yokochi, M. Quirós, L. Lutterotti, E. Manakova, J. Butkus, P. Moeck und A. Le Bail: *Crystallography Open Database – an open-access collection of crystal structures*. In: *Journal of Applied Crystallography* 42.4 (2009), S. 726–729. DOI: [10.1107/S0021889809016690](https://doi.org/10.1107/S0021889809016690).
- [74] R. T. Downs und M. Hall-Wallace: *The American Mineralogist Crystal Structure Database*. In: *American Mineralogist* 88 (2003), S. 247–250.
- [75] R. W. Wyckoff: *The Structure of Crystals*. Bd. 2. The Chemical Catalog Company Inc., 1935.
- [76] A. N. Christensen: *Preparation and Crystal Structure of  $\beta$ -Nb<sub>2</sub>N and  $\gamma$ -NbN*. In: *Acta Chemica Scandinavica* 30.A (1976), S. 219–224. URL: <http://actachemscand.org/>.
- [77] A. N. Christensen, R. G. Hazell und M. S. Lehmann: *An X-Ray and Neutron Diffraction Investigation of the Crystal Structure of  $\gamma$ -NbN*. In: *Acta Chemica Scandinavica* 35 (1981), S. 111–115. URL: <http://actachemscand.org/>.



- [78] M. C. Neuburger: *Präzisionsmessung der Gitterkonstante von Niob*. In: *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 197.1 (1931), S. 219–223. DOI: [10.1002/zaac.19311970119](https://doi.org/10.1002/zaac.19311970119).
- [79] H. Bittner, H. Goretzki, F. Benesovsky und H. Nowotny: *Über einige Monocarbide-Mononitrid-Systeme und deren magnetische Eigenschaften*. In: *Monatshefte für Chemie und verwandte Teile anderer Wissenschaften* 94.3 (1963), S. 518–526. ISSN: 1434-4475. DOI: [10.1007/BF00903491](https://doi.org/10.1007/BF00903491).
- [80] MAUD - Material Analysis Using Diffraction. Software. University of Trento, 2019. URL: <http://maud.radiographema.eu/>.
- [81] S. Seltzer: *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients, NIST Standard Reference Database 126*. eng. 1995. DOI: [10.18434/T4D01F](https://doi.org/10.18434/T4D01F).
- [82] M. Tomita: *Compendium of Surface and Interface Analysis*. In: Hrsg. von T. S. S. S. of Japan. Springer Singapore, 2018. Kap. Dynamic Secondary Ion Mass Spectrometry. S. 61. DOI: [10.1007/978-981-10-6156-1\\_11](https://doi.org/10.1007/978-981-10-6156-1_11).
- [83] T. Kürzeder: *Entwicklung, Aufbau und Test eines neuen Kryostatmoduls für den S-DALINAC*. D17. Dissertation. Technische Universität Darmstadt, 2013.
- [84] Dassault Systèmes: CST - Computer Simulation Technology GmbH: CST STUDIO SUITE. Version 2016. URL: <http://www.cst.com/>.
- [85] S. Sievers: *Untersuchung von Piezoaktoren zur Verbesserung der Frequenzabstimmung und Aufbau eines Quenchortungssystems für die Beschleunigerstrukturen des S-DALINAC*. D17. Dissertation. Technische Universität Darmstadt, 2013.
- [86] F. Schlander: *Inbetriebnahme des vertikalen Badkryostaten und neue Messungen mit einem Piezoaktuator als Feinabstimmssystem für die supraleitenden Strukturen des S-DALINAC*. Masterarbeit. Technische Universität Darmstadt, 2009.
- [87] S. Weih: *Upgrade of the S-DALINAC Injector Capture Section*. In: *Proceedings of the 19th International Conference on RF Superconductivity*. Dresden, Deutschland, 2019.
- [88] D. Bazyl: *Development of an SRF Reduced-beta Cavity for the Injector of the S-DALINAC*. Diss. Darmstadt: Technische Universität, 2019. URL: <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/8791/>.
- [89] G. Müller: *WUB-DI 83-1*. Dissertation. Universität Wuppertal, 1983.
- [90] S. Sievers: *Verbesserung der Güte der supraleitenden Beschleunigungsstrukturen des S-DALINAC durch thermische Behandlung*. Diplomarbeit. Technische Universität Darmstadt, 2007.

- [91] M. Brunken, M. Gopych, H.-D. Gräf, U. Laier, W. Müller, M. Platz, A. Richter, S. Watzlawik und T. Weiland: *Analysis of the surface resistance of the superconducting accelerating cavities of the S-DALINAC*. In: *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors, and Associated Equipment* (2006), S. 94–99.
- [92] J. Knobloch: *The “Q disease” in Superconducting Niobium RF Cavities*. In: *AIP Conference Proceedings*. AIP, 2003. DOI: [10.1063/1.1597364](https://doi.org/10.1063/1.1597364).
- [93] J. Conrad, L. Alff, R. Grewe, T. Kürzeder, M. Major, N. Pietralla, F. Hug und S. Sievers: *Upgrade of a UHV Furnace for 1700 C Heat Treatment and Processing of Niobium Samples*. In: *Proc. 7th Int. Particle Accelerator Conf. (IPAC’16)*. paper THPMY024. Busan, Korea, 2016, S. 3709. DOI: [10.18429/JACoW-IPAC2016-THPMY024](https://doi.org/10.18429/JACoW-IPAC2016-THPMY024).
- [94] M. Steinhorst und R. Grewe: *pyStreamDevice*. online. 2019. URL: [svn://svn/utilities/pyStreamDevice/trunk](https://svn.utilities.pyStreamDevice/trunk).
- [95] R. Grewe: *pyDMCT*. online. 2019. URL: <http://gitlab.ikp.physik.tu-darmstadt.de/rgrewe2/pyDMCT>.
- [96] R. J. Donnelly und C. F. Barenghi: *The Observed Properties of Liquid Helium at the Saturated Vapor Pressure*. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* 27.6 (1998), S. 1217–1274.
- [97] S. Weih: *In Vorbereitung*. Diss. Darmstadt: Technische Universität Darmstadt.
- [98] Agilent Technologies: *423B and 8470B Detectors*. Handbuch. URL: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/00423-90103.pdf>.